Supplemento ordinario alla "Gazzetta Ufficiale,, n. 84 del 10 aprile 2006 - Serie generale

Spediz. abb. post. 45% - art. 2, comma 20/b
Legge 23-12-1996, n. 662 - Filiale di Roma

GAZZETTA UFFICIALE

DELLA REPUBBLICA ITALIANA

PARTE PRIMA **Roma - Lunedì, 10 aprile 2006** SI PUBBLICA TUTTI I GIORNI NON FESTIVI

DIREZIONE E REDAZIONE PRESSO IL MINISTERO DELLA GIUSTIZIA - UFFICIO PUBBLICAZIONE LEGGI E DECRETI - VIA ARENULA 70 - 00100 ROMA
AMMINISTRAZIONE PRESSO L'ISTITUTO POLIGRAFICO E ZECCA DELLO STATO - LIBRERIA DELLO STATO - PIAZZA G. VERDI 10 - 00100 ROMA - CENTRALINO 06 85081

N. 90

MINISTERO DELLE POLITICHE AGRICOLE E FORESTALI

DECRETO 15 marzo 2006.

Metodi ufficiali di analisi per i fertilizzanti - Supplemento n. 9.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

S O M M A R I O

MINISTERO DELLE POLITICHE AGRICOLE E FORESTALI

DECRETI, DELIBERE E ORDINANZE MINISTERIALI

MINISTERO DELLE POLITICHE AGRICOLE E FORESTALI

DECRETO 15 marzo 2006.

Metodi ufficiali di analisi per i fertilizzanti - Supplemento n. 9.

IL DIRETTORE GENERALE
DELLA PROGRAMMAZIONE, DEL COORDINAMENTO ISPETTIVO E DEI LABORATORI DI ANALISI DELL'ISPETTORATO CENTRALE REPRESSIONE FRODI

Visti gli articoli 8 e 9 della legge 19 ottobre 1984, n. 748, concernente: «Nuove norme per la disciplina dei fertilizzanti», i quali prescrivono che i concimi e gli ammendanti e correttivi vengano controllati con i metodi di campionamento e di analisi adottati con decreto del Ministro dell'agricoltura e delle foreste, sentito il parere della Commissione di cui agli articoli 110, 111, 112 del decreto del Presidente della Repubblica 12 febbraio 1965, n. 162;

Visto altresì l'art. 115 del citato decreto del Presidente della Repubblica 12 febbraio 1965, n. 162;

Visti il decreto-legge 18 giugno 1986, n. 282, convertito, con modificazioni, nella legge 7 agosto 1986, n. 462; il decreto-legge 21 novembre 2000, n. 355, convertito con modificazioni, dalla legge 19 gennaio 2001, n. 3; il decreto-legge 11 gennaio 2001, convertito con modificazioni, dalla legge 9 marzo 2001, n. 49; il decreto del Ministro delle politiche agricole e forestali 13 febbraio 2003, n. 44, modificato dal decreto 11 novembre 2004, n. 294; il decreto-legge 9 settembre 2005, n. 182, convertito, con modificazioni, nella legge 11 novembre 2005, n. 231 e, da ultimo, il decreto del Ministro delle politiche agricole e forestali del 19 dicembre 2005, relativi all'Ispettorato centrale repressione frodi;

Visto il decreto ministeriale 24 marzo 1986, relativo all'approvazione dei «Metodi ufficiali di analisi per i fertilizzanti», pubblicato nel Supplemento ordinario alla *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 180 del 5 agosto 1986, modificato ed integrato da ultimo con il decreto 8 maggio 2003 - Supplemento n. 8 - pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 116 del 21 maggio 2003;

Sentito il parere della sopracitata Commissione per l'aggiornamento dei metodi ufficiali di analisi, modificata da ultimo, per quanto attiene la sottocommissione fertilizzanti, col decreto ministeriale 28 settembre 2000, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 249 del 24 ottobre 2000;

Ritenuto necessario integrare la raccolta dei precedenti metodi di analisi con metodiche analitiche idonee al controllo dei fertilizzanti nazionali già inseriti o con richiesta di inserimento negli allegati 1.*B.* e/o 1.*C.* della legge del 19 ottobre 1984, n. 748 e successive modificazioni ed integrazioni;

Vista la direttiva 98/34/CE, concernente le procedure d'informazione nel settore delle norme e regolamentazioni tecniche, e successive modificazioni, attuata con decreto legislativo 23 novembre 2000, n. 427;

Decreta:

Art. 1.

1. Sono approvati i «Metodi ufficiali di analisi per i fertilizzanti - Supplemento n. 9» descritti nell'allegato al presente decreto.

2. I metodi di analisi riportati in allegato al presente decreto si applicano ai concimi nazionali.

Art. 2.

Il presente decreto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana ed entra in vigore il giorno successivo alla sua pubblicazione.

Roma, 15 marzo 2006

Il direttore generale: GATTO

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Allegato

Determinazione del calcare totale (espresso come CaO) in alcuni correttivi calcici

1. *Oggetto*

Il presente documento presenta un metodo rapido e convenzionale per la determinazione del contenuto in carbonato di calcio totale espresso come CaO in alcuni correttivi calcici.

2. *Campo di applicazione*

Il presente metodo si applica esclusivamente alle calci di depurazione e alle sospensioni di calcare.

3. *Principio*

Il metodo si basa sulla determinazione gas volumetrica della CO_2 che si sviluppa trattando il materiale con HCl, esprimendo il risultato come CaO contenuto nel materiale tal quale.

4. *Reattivi*

Nel corso dell'analisi utilizzare acqua distillata o di purezza equivalente e reattivi di qualità analitica riconosciuta.

4.1. Acido cloridrico HCl soluzione 1:1 (v/v):
diluire 500 ml di HCl 37% (ρ = 1,186) con 500 mL di acqua.

5. *Apparecchiatura*

Corrente attrezzatura di laboratorio ed in particolare:

5.1. Stufa regolabile a 105 ± 2 °C a circolazione d'aria.
5.2. Capsule di porcellana a fondo piatto (capacità 150-200 mL).
5.3. Mortaio e pestello.
5.4. Setaccio con apertura delle maglie di 0,2 mm.
5.5. Calcimetro di Dietrich-Fruchling (fig. n.1) contenente acqua, satura di CO_2 leggermente colorata per comodità di lettura, o apparecchio equivalente.
5.6. Termometro per la misurazione della temperatura ambientale.
5.7. Barometro a mercurio.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

6. *Procedimento*

6.1. Preparazione del campione
Dal campione, prelevato e trattato come prescritto nel Supplemento n° 1 dei Metodi Ufficiali di Analisi per i Fertilizzanti pesare esattamente, con approssimazione di 0,01 g, 25 g in un capsula di porcellana 5.2. disponendoli in strato sottile. Porre la capsula nella stufa 5.1., mantenendola per 5 ore a 105°C ed, in ogni caso, fino a peso costante. La differenza di peso, espressa in percentuale, viene considerata come contenuto percentuale di acqua nel campione in esame.
Recuperare quantitativamente il campione seccato dalla capsula, macinandolo utilizzando il mortaio 5.3. Passare il campione macinato attraverso il setaccio 5.4. Macinare ulteriormente il sopravaglio eventualmente presente, finché tutto il campione passi attraverso il setaccio 5.4.

6.2. Pesata del campione seccato e macinato
A seconda del contenuto presunto in CaO nel campione in esame, pesare le seguenti masse con precisione di 0,001 g, direttamente nella bottiglia di attacco A (vedere fig. 1).

CaO inferiore al 28% p/p:	0,5 g
CaO compreso fra 28 e 45% p/p:	0,2 g
CaO maggiore di 45% p/p:	0,1 g

6.3. Determinazione
Inserire nella bottiglia A dove è stato pesato il materiale pesato, una provetta di plastica contenente 10 mL di acido cloridrico 4.1. e adattare la bottiglia al calcimetro mediante l'apposito tappo di chiusura.
Azzerare l'apparecchio uguagliando la pressione interna e quella esterna attraverso il rubinetto C. Chiudere il rubinetto C e far sviluppare l'anidride carbonica inclinando la bottiglia A in modo che l'acido, fuoriuscendo dalla provetta, venga a contatto con il campione.
La CO_2 sviluppata farà abbassare il livello dell'acqua nel tubo graduato B. Provocare una leggera depressione abbassando il tubo di livello D. Continuare ad agitare la bottiglia A fino a sviluppo completo della CO_2.
Uguagliare la pressione interna a quella esterna portando l'acqua contenuta in D al medesimo livello di quella contenuta in B. Attendere qualche minuto e, se i livelli non sono variati, eseguire la lettura volumetrica.

6.4. Standardizzazione del volume di gas svolto
Tenendo conto della temperatura e della pressione barometrica alle quali è stata eseguita l'analisi, riportare il volume di gas svolto alla temperatura di 0°C ed alla pressione di 760 mm Hg mediante la seguente formula:

$$V_0 \frac{V_t \cdot (P_t - f) \cdot 273}{760 \cdot (273 + t)}$$

dove:
V_0 = volume di gas svolto corretto a 0°C e 760 mm Hg espresso in mL;
V_t = volume del gas svolto alla temperatura e pressione di analisi espresso in mL;
P_t = pressione barometrica al momento dell'analisi espressa in mm Hg;

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

t = temperatura ambientale al momento dell'analisi espressa in °C;
f = tensione di vapore dell'acqua alla temperatura t, espressa in mm Hg. Tale tensione è ricavabile dalla tabella n° 1 o dalla espressione empirica:

$$f = exp\left(8{,}341 - \frac{3869{,}251}{t + 230}\right)$$

7. *Espressione dei risultati*

Calcolare il contenuto di calcare totale espresso come CaO sul prodotto tal quale con la seguente formula:

$$CaO\ \%\ p\ sul\ t.q. = \frac{V_0 \cdot 0{,}0044655 \cdot 100}{P}\ 0{,}56 \cdot \left(\frac{100 - U}{100}\right)$$

dove:

V_0	è il volume di gas svolto riportato a condizioni normali (t = 0°C e p = 760 mm Hg)
0,0044655	è l'equivalente gas volumetrico
0,56	è il fattore di trasformazione $CaCO_3/CaO$
U	è l'umidità sul campione tal quale determinata al punto 6.1.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

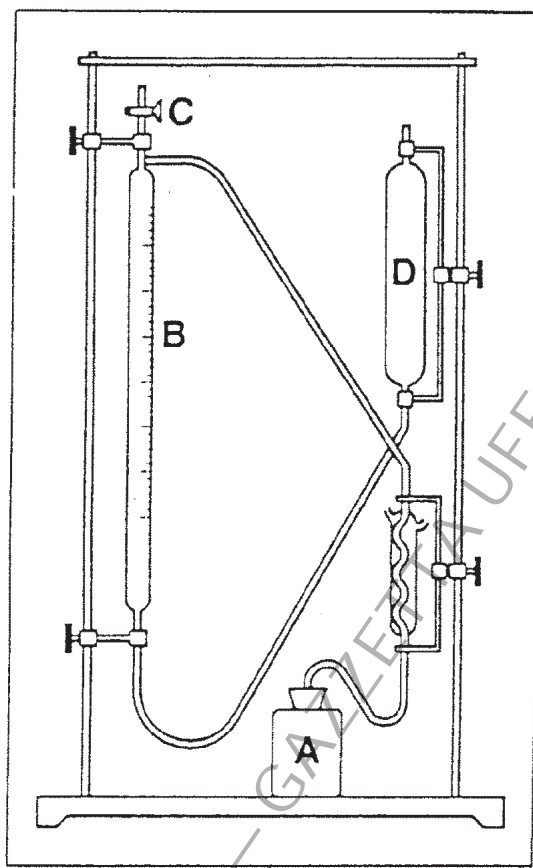



Figura 1
Calcimetro di Dietrich-Fruehling

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Temperatura	Tensione di vapore
10°C	9,2 mm Hg
11°C	9,8 mm Hg
12°C	10,5 mm Hg
13°C	11,2 mm Hg
14°C	12,0 mm Hg
15°C	12,8 mm Hg
16°C	13,6 mm Hg
17°C	14,5 mm Hg
18°C	15,5 mm Hg
19°C	16,5 mm Hg
20°C	17,5 mm Hg
21°C	18,6 mm Hg
22°C	19,8 mm Hg
23°C	21,1 mm Hg
24°C	22,4 mm Hg
25°C	23,7 mm Hg
26°C	25,2 mm Hg
27°C	26,7 mm Hg
28°C	28,4 mm Hg
29°C	30,0 mm Hg
30°C	31,8 mm Hg
31°C	33,7 mm Hg
32°C	35,7 mm Hg
33°C	37,7 mm Hg
34°C	39,9 mm Hg
35°C	42,1 mm Hg

Tabella 1
Tensione di vapore dell'acqua a differenti temperature.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione dello zolfo totale per spettroscopia di emissione al plasma (ICP-AES)

1. *Oggetto*

Il presente documento stabilisce un metodo per la determinazione dello zolfo totale contenuto nei concimi sotto forme diverse.

2. *Campo di applicazione*

Il presente metodo si applica ai concimi nazionali per i quali si prevede la dichiarazione dello zolfo totale quando questo è presente sotto forme diverse (elementare, tiosolfito, solfito, solfato).

3. *Principio*

Il campione viene mineralizzato in forno a microonde, utilizzando una miscela acida (HCl- HF- HNO_3). Il contenuto di zolfo viene determinato per spettroscopia di emissione al plasma (ICP/AES). Con questa tecnica vengono misurate tutte le forme di zolfo presenti nel campione.

4. *Reattivi*

4.1 Acido cloridrico (HCl) [37 % (ρ = 1,186)].

4.2 Acido fluoridrico (HF) [40 % (ρ = 1,130)].

4.3 Acido nitrico (HNO_3) [65 % (ρ = 1,400)].

4.4 Soluzione satura di acido borico.

Trasferire in un bicchiere da 250 mL 10 g di acido borico (H_3BO_3), aggiungere 100 mL di acqua bidistillata. Riscaldare per favorire lo solubilizzazione del reagente. Dopo il raffreddamento, utilizzare la fase limpida.

4.5 Soluzione standard (1000 mg L^{-1}) di zolfo S.

Sciogliere in matraccio tarato da 1000 mL 5,436 g di potassio solfato (K_2SO_4). Portare a volume con H_2O.

4.6 Soluzione standard diluita di zolfo (S).

Prelevare con buretta di precisione e trasferire in matraccio tarato da 500 mL 50 mL della soluzione standard (1000 mg L^{-1}) di zolfo. Portare a volume con H_2O.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

In questa soluzione la concentrazione di zolfo è 100 mg L^{-1} (4.5).

4.7 Soluzione standard di lavoro.

La linearità di risposta dell'ICP-AES dell'intensità di emissione rispetto alla concentrazione dell'analita è ampia. La concentrazione delle soluzioni standard di lavoro deve essere decisa in funzione del contenuto di zolfo presente nel campione. E' consigliabile utilizzare un valore di concentrazione leggermente superiore a quello accertato nel campione. Le soluzioni standard di lavoro si ottengono prelevando un'aliquota della soluzione standard diluita e portando a volume con il bianco analitico.

5. *Apparecchiatura*

5.1 ICP- AES.

5.2 Tubi di digestione in PTFE.

5.3 Sistema di chiusura per tubi di digestione in PTFE.

5.4 Forno a microonde (potenza 600 W) con controllo di pressione.

6. *Procedimento*

6.1 Preparazione del campione d'analisi

Pesare con la precisione di 1 mg una quantità di concime pari a 1,000 g e trasferirlo in un tubo di digestione. Aggiungere 2 mL di acido fluoridrico (HF) (4.2), 6 mL di acido cloridrico (HCl) (4.1) e 2 mL di acido nitrico (HNO_3) (4.3) e lasciare a contatto per un'ora. Chiudere i tubi, collocarli nel forno a microonde e impostare il seguente ciclo di lavoro:

Fase	1°	2°	3°
Potenza (%)	50	70	90
Pressione (psi)	40	70	150
Tempo (minuti)	5	5	10

Potenza massima 600 Watt.

Alla fine del ciclo, raffreddare i tubi con acqua fredda corrente, aprirli, aggiungere 12 mL della soluzione satura di acido borico (H_3BO_3) (4.4) e richiuderli. Risistemare i tubi chiusi in forno a microonde ed impostare il seguente ciclo:

Fase	1°	2°
Potenza (%)	60	80
Pressione (psi)	40	80
Tempo (minuti)	5	5

Potenza massima 600 Watt.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Alla fine del ciclo, raffreddare i tubi con acqua fredda corrente, aprirli, travasare il contenuto in matracci tarati da 50 mL e portare a volume con H_2O. Filtrare per filtro di carta Whatman ® n° 42. La soluzione deve essere limpida.

Preparare la prova in bianco seguendo le stesse modalità operative, omettendo il campione di concime.

7. *Preparazione della curva di taratura*

7.1 Preparare la curva di taratura utilizzando il bianco analitico e le soluzioni standard di lavoro. Operare sotto il flusso di azoto per allontanare l'aria nella camera ottica. Eseguire le letture alla lunghezza d'onda di 180,676 nm.

7.2 Effettuare la taratura con appropriate soluzioni standard, rilevare le concentrazioni delle soluzioni eseguendo le letture all'IPC-AES.

8. *Espressione dei risultati*

Il contenuto in % di S del concime è dato da:

$$S\,(\%) = \frac{(A-B)\ D\ V}{m} \times 100$$

$$SO_3\,(\%) = S\,(\%) \times 2{,}5$$

dove:

A = concentrazione di zolfo nella soluzione del campione espressa in mg L^{-1}.

B = concentrazione di zolfo nella soluzione della prova in bianco espressa in mg L^{-1}.

V = volume finale della soluzione proveniente dalla mineralizzazione del campione espresso in mL.

D = fattore di diluizione.

m = massa del campione di fertilizzante espresso in mg.

9. *Note*

I cicli di mineralizzazione a microonde si riferiscono al carosello contenente 6 tubi di digestione, in quanto l'effetto delle microonde varia in funzione del numero dei tubi presenti.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione dello zolfo elementare

1. *Oggetto*

Il presente documento stabilisce il metodo per la determinazione dello zolfo elementare contenuto nei concimi.

2. *Campo di applicazione*

Il presente metodo si applica ai concimi nazionali per i quali è prevista la dichiarazione dello zolfo elementare.

3. *Principio*

Il campione viene estratto con cloroformio meno tossico di altri solventi (CS_2, benzene, CCl_4). Il contenuto di zolfo viene determinato direttamente per HPLC.

4. *Reattivi*

4.1 Fase mobile metanolo-cloroformio (grado HPLC) 50:50 a 1mL/min.

4.2 Cloroformio per l'estrazione (grado analitico).

4.3 Soluzione standard di zolfo ottenuta sciogliendo 1 g di zolfo (grado analitico) in un litro di cloroformio sotto agitazione per una notte. La soluzione contiene 1 mg/mL di S.

4.4 Soluzioni di lavoro ottenute diluendo la soluzione standard con cloroformio.

5. *Apparecchiatura*

5.1 HPLC con rilevatore a 254 nm.

5.2 Colonna a fase inversa (PRP-1 15 cm x 4,1 nm I.D.) contenente particelle di 10 µm di un copolimero stirene-divinilbenzene

6. *Procedimento*

6.1 Pesare con la precisione di 1 mg una quantità di concime pari a 1,000 g e porlo in beuta con 10 mL di cloroformio mantenendolo in agitazione tutta la notte. L'estratto viene filtrato con filtro da 2 µm. Si inietta in colonna una aliquota da 10 µL contenente circa 1 µg/mL di zolfo in cloroformio. La risposta è lineare nell'intervallo che va dal limite di rilevazione (<10 ng) fino a 10 µg.

Il tempo di ritenzione per lo zolfo è di 200 sec.

Dopo ogni uso la colonna è flussata con acetonitrile e poi con metanolo e conservata in metanolo.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

7. *Preparazione della curva di taratura*

7.1 Preparare la curva di taratura utilizzando il bianco analitico e le soluzioni standard di lavoro e rilevare le concentrazioni delle soluzioni eseguendo le letture del picco a 254 nm.

7.2 Eseguire le letture sugli estratti del campione di concime.

7.3 Preparare le prove in bianco seguendo le stesse modalità operative descritte, senza il campione di concime.

8. *Espressione dei risultati*

Il contenuto di zolfo elementare nel concime espresso in % è dato da :

$$S(\%) = \frac{(A-B)\ D\ V}{m} \times 100$$

$$SO_3(\%) = S(\%) \times 2{,}5$$

dove:

A = concentrazione di zolfo nell'estratto del campione espresso in $\mu g\ L^{-1}$.

B = concentrazione di zolfo della prova in bianco espressa in $\mu g\ L^{-1}$.

V = volume finale dell'estratto del campione espresso in mL.

D = fattore di diluizione.

m = massa del campione di concime espressa in g

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione degli amminoacidi liberi

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo per la determinazione degli amminoacidi liberi (naturali e aggiunti) mediante analizzatore automatico di amminoacidi.

2. *Campo di applicazione*

Il metodo si applica ai concimi organici azotati fluidi ed agli ammendanti per i quali viene richiesta la dichiarazione del tenore in amminoacidi liberi.

3. *Principio*

Il campione viene disciolto in HCl 0,1 N per permettere agli amminoacidi liberi di andare in soluzione. Gli amminoacidi vengono separati mediante cromatografia a scambio ionico e determinati, dopo reazione con la ninidrina, mediante rivelazione fotometrica a 570 nm per tutti gli amminoacidi, esclusi e prolina e idrossiprolina che vengono letti a 440 nm.

4. *Reagenti*

4.1. Acido picrico $C_6H_2(NO_2)_3(OH)$ 1% (p/v).

4.2. Soluzione di norleucina $C_6H_{13}NO_2$ (standard interno): pesare 32,797 mg di norleucina (PM 131,77 g/mol) e aggiungere 100 mL di HCl 0,1 N, in modo da ottenere una soluzione contenente 2500 nM/mL.

4.3. Composizione del tampone a pH 2,2 preparato nel modo seguente: pesare 14,09 g di litio citrato tribasico tetraidrato ($C_6H_5O_7Li_3{\cdot}4H_2O$), aggiungere 20 mL di tiodiglicole ($C_4H_{10}O_2S$), 0,1 mL di pentaclorofenolo (C_6HCl_5O) (250 mg in 50 mL di etanolo), 11,5 mL di HCl 37% .Sciogliere in 900 mL di H_2O bidistillata i reattivi elencati, aggiungere poi HCl 37% quanto basta per ottenere il pH specificato e portare a volume finale di 1000 mL con acqua bidistillata.

4.4. Composizione tamponi eluenti :

	Tampone n.1	Tampone n.2	Tampone n.3	Tampone n.4
pH	2,70	3,08	4,04	5,42
molarità	0,2	0,6	1,0	1,0
litio citrato tribasico tetraidrato	18,8 g	16,92 g	42,3 g	42,3 g
litio cloruro	-	17,8 g	23,32 g	23,32 g
tiodiglicole	2 mL	2 mL	-	-
Pentaclorofenolo (250 mg in 50ml di etanolo)	0,1 mL	0,1 mL	0,1 mL	0,1 mL
HCl 37%	13 mL	10 mL	14 mL	2 mL

4.5. Soluzione rigenerante LiOH 0,3 N: pesare 12,59 g di $LiOH{\cdot}H_2O$ in 1000 mL di acqua bidistillata.

4.6. Tampone sodio acetato 4 N pH 5,51: pesare 544,32 g di sodio acetato triidrato in circa mL 800 di acqua bidistillata, aggiungere mL 100 di acido acetico glaciale e aggiustare il pH con sodio idrossido 12 N o HCl 37% quindi portare a mL 1000 con acqua bidistillata.

4.7. Filtrare con filtri da 0,45 µm soluzioni e tamponi ai punti 4.1. - 4.2. - 4.4. - 4.5. - 4.6. - 4.7.

4.8. Preparazione del reattivo derivatizzante ninidrina.: il reattivo viene preparato in atmosfera di azoto sciogliendo 20 g di ninidrina in mL 750 di glicole etilenico monometiletere e mL 250 di tampone sodio acetato 4 N pH 5,51 (4.8.). Alla soluzione così ottenuta si aggiungono mg 0,4 di cloruro stannoso come riducente.

5. *Apparecchiatura*

5.1. Evaporatore rotativo.

5.2. Pipette graduate da 25 mL.

5.3. Colonne di vetro.

5.4. Filtri da 0,45 µm (diametro 47mm) e da 0,22 µm (diametro 13mm).

5.5. Pipette automatiche da 5 mL e da 1 mL.

5.6. Beaker da 150 mL.

5.7. Provette da centrifuga.

5.8. Centrifuga.

5.9. Analizzatore di amminoacidi.

5.10. Colonna cromatografica a scambio ionico.

5.11. Griglia con fori da 0,5 mm.

6. *Procedimento*

6.1. Preparazione del campione: macinare il campione su griglia con fori da 0,5 mm. In un beaker da 150 mL pesare 1,5 g di campione finemente macinato, quindi aggiungere 100 mL di HCl 0,1 N. Si pone il beaker su agitatore magnetico lasciando in agitazione per circa 45 minuti, quindi filtrare su filtro di carta rapida. Prelevare con pipetta automatica 5 mL di soluzione filtrata e trasferire in una provetta da centrifuga. Aggiungere 25 mL di acido picrico 1% e 1 mL di soluzione di norleucina (4.2.) come standard interno; centrifugare per 20 minuti a 5000 rpm. Dopo centrifugazione prelevare 25 mL di surnatante e passarlo in colonne di resina Dowex 2x10 100-200 mesh in forma Cl, recuperando il campione in un pallone da 150 mL. Lavare la resina Dowex con 5 mL di HCl 0,02 N per tre volte (totale 15 mL) raccogliendo sempre nello stesso pallone. Portare a secco con evaporatore rotativo. Diluire quindi il campione con una quantità nota di tampone (4.3.) e filtrare con filtri da 0,22 µm.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

6.2. Preparazione dello standard di amminoacidi: diluire lo standard commerciale con il tampone (4.3.) in modo da analizzare una quantità, per ogni amminoacido, adeguata alla rivelabilità dello strumento impiegato.

6.3. Determinare gli amminoacidi per reazione con ninidrina e rivelazione fotometrica a 570 nm per tutti gli amminoacidi, esclusi prolina e idrossiprolina. Questi ultimi vengono letti a 440 nm.

7. *Espressione dei risultati*

Gli amminoacidi vengono espressi in percentuale sul campione tal quale secondo la formula:

$$AA\ (\%\ t.q.) = \frac{A \times B \times 100}{C \times D}$$

dove:

A: µg di amminoacido standard analizzato.

B: altezza dell'amminoacido nel campione/altezza della norleucina nel campione.

C: altezza dell'amminoacido nello standard/ altezza della norleucina nello standard.

D: µg di campione analizzato.

La quantità di norleucina presente nello standard e nel campione deve essere la stessa.

Riportare la quantità di norleucina misurata nel campione allo stesso valore dello standard.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione degli amminoacidi totali

(Acido aspartico, treonina , serina , acido glutammico, prolina, glicina, alanina, valina, isoleucina, leucina, tirosina, fenilalanina, istidina, lisina, arginina)

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo per la determinazione degli amminoacidi totali mediante analizzatore automatico di amminoacidi.

2. *Campo di applicazione*

Il metodo si applica ai concimi organici azotati fluidi ed agli ammendanti per i quali viene richiesta la dichiarazione del tenore in amminoacidi totali.

3. *Principio*

Il campione viene idrolizzato con HCl 6N in stufa a 110° C per 24 ore.
Gli amminoacidi vengono separati mediante cromatografia a scambio ionico e determinati dopo reazione con la ninidrina mediante rivelazione fotometrica a 570 nm per tutti gli amminoacidi, esclusi prolina e idrossiprolina che vengono rivelati a 440 nm.

4. *Reagenti*

Nel corso dell'analisi impiegare acqua bidistillata e reattivi di qualità analitica riconosciuta.

4.1 Acido cloridrico 6N: diluire l'acido cloridrico 37% (12N) con acqua bidistillata nel rapporto 1:1.

4.2. Soluzione di norleucina $C_6H_{13}NO_2$ (standard interno): pesare 1,312 mg di norleucina (PM 131,17 g/mol) e aggiungere 1000 mL di HCl 6N, in modo da ottenere una soluzione contenente 10000 nM/mL.

4.3. Composizione del tampone a pH 2,2 preparato nel modo seguente: pesare 14,71 g di sodio citrato tribasico biidrato ($C_6H_5O_7Na_3 \cdot 2H_2O$) (PM 294,1 g/mol), aggiungere 20 mL di tiodiglicole $C_4H_{10}O_2S$, 0,1mL di pentaclorofenolo (C_6HCl_5O) (250mg in 50 mL di etanolo), 10 mL di acido cloridrico 37%. Sciogliere in 900 mL di acqua bidistillata tutti i reagenti indicati, aggiungere poi acido cloridrico 37% quanto basta per ottenere il pH specificato, portare a volume finale di 1000 mL e filtrare con filtri da 0,45 μm.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

4.4. Composizione dei tamponi:

	Tampone n.1	Tampone n.2	Tampone n.3
pH	3,30	4,00	10,00
Molarità	0,15	0,2	0,2
Sodio citrato tribasico biidrato	14,71 g	19,61 g	-
Sodio tetraborato decaidrato	-	-	9,07 g
Sodio idrossido	-	-	4 g
Etanolo	20 mL	-	-
Tiodiglicole	2 mL	2 mL	-
Pentaclorofenolo (250mg in 50mL etanolo)	0,1 mL	0,1 mL	0,1 mL
HCl 37%	9 mL	9,5 mL	1,4 mL

4.5. Soluzione rigenerante NaOH 0,2 N: sciogliere 8 g di sodio idrossido in 1000 mL di acqua bidistillata e filtrare con filtri da 0,45 µm.

4.6. Tampone sodio acetato pH 5,51 4 N: sciogliere 544,32 g di sodio acetato triidrato ($C_2H_3O_2Na \cdot 3H_2O$) in circa 880 mL di acqua bidistillata, aggiungere 100 mL di acido acetico glaciale, aggiustare il pH con sodio idrossido 12 N o con HCl 37% al valore specificato quindi portare a 1000mL con acqua bidistillata e filtrare con filtri da 0,45 µm.

4.7. Preparazione del reattivo derivatizzante ninidrina: il reattivo viene preparato in atmosfera di azoto sciogliendo 20 g di ninidrina in 750 mL di glicole etilenico monometiletere e 250 mL di tampone acetato pH 5,51 (4.6.). Alla soluzione così ottenuta si aggiungono 0,4 mg di cloruro stannoso come agente riducente.

5. *Apparecchiatura*

5.1. Agitatore magnetico.

5.2. Matracci da 1000 e da 250 mL.

5.3. Palloni da 150 mL.

5.4. Pipetta automatica da 5 mL.

5.5. Flaconi in vetro Pirex da 100 mL.

5.6. Filtri di carta rapidi.

5.7. Imbuti con porosità.

5.8. Filtri da 0,45 µm (diametro 47 mm) e da 0,22 µm (diametro 13 mm).

5.9. Stufa con regolazione della temperatura.

5.10. Evaporatore rotativo.

5.11. Analizzatore di amminoacidi.

5.12. Colonna cromatografica a scambio ionico.

5.14. Griglia con fori da 0,5 mm.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

6. *Procedimento*

6.1. Preparazione del campione per l'analisi: macinare il campione su griglia con fori da 0,5 mm di diametro. In un flacone di vetro Pirex da 100 mL si pesa una quantità di campione corrispondente a circa 100 mg di protidi. Si aggiungono quindi 10 mL di norleucina come standard interno (4.2.) e 90 mL di HCl 6 N. Come antiossidante si usano 0,1 mL di acido tioglicolico. Si effettua uno scambio di gas tramite N_2 per eliminare O_2 quindi si chiudono i flaconi e si mettono in stufa a 110° C per 24 ore. Trascorso tale tempo si lascia raffreddare il campione, filtrare in un matraccio da 250 mL con filtro di carta rapido e si porta a volume con acqua bidistillata. Agitare la soluzione , trasferire da questa una quantità nota in un pallone da 150 mL e portare a secco in evaporatore ratativo. Diluire quindi il campione con una quantità nota di tampone (4.3.). Filtrare con filtri da 0,22 µm.

6.2. Preparazione dello standard di amminoacidi: diluire lo standard commerciale con il tampone (4.3) in modo da iniettare una quantità adeguata alla rivelabilità dello strumento impiegato.

6.3. Determinare gli amminoacidi per reazione con ninidrina e rivelazione fotometrica a 570 nm per tutti gli amminoacidi, esclusi prolina e idrossiprolina. Questi ultimi vengono letti a 440 nm.

Espressione dei risultati

Gli amminoacidi vengono espressi in percentuale sul campione tal quale secondo la formula:

$$AA\ (\%\ t.q.) = \frac{A \times B \times 100}{C \times D}$$

A: µg di amminoacido standard iniettato (6.2.).

B: altezza del picco dell'amminoacido nel campione / altezza del picco della norleucina (standard interno) nel campione.

C: altezza del picco dell'amminoacido nello standard / altezza del picco della norleucina (standard interno) nello standard.

D: µg di campione iniettati.

La quantità di norleucina presente nello standard e nel campione deve essere la stessa.

Riportare la quantità di norleucina misurata nel campione allo stesso valore dello standard.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione della diciandiammide

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo per la determinazione della diciandiammide, molecola con funzioni di inibitore della nitrificazione.

2. *Campo di applicazione*

Il metodo si applica ai concimi azotati solidi contenenti inibitori della nitrificazione, per i quali è richiesta la dichiarazione del contenuto in diciandiammide (DCD).

3. *Principio*

Il metodo si basa sull'estrazione, attraverso metanolo, della diciandiammide (DCD) inibitore della nitrificazione e successiva eluizione con soluzione acquosa di acetonitrile al 5% (v/v). La misura quantitativa della DCD viene effettuata mediante HPLC, con rivelazione spettrofotometrica UV a 210 nm.

4. *Reattivi*

Utilizzare acqua distillata (Milli-Q) e reagenti con grado di purezza analitico per HPLC.

4.1 Metanolo (CH_3OH puro per analisi cromatografiche), soluzione al 99% v/v;

4.2 Acetonitrile (CH_3CN puro per analisi cromatografiche), soluzione 5% v/v;

4.4 Diciandiammide (standard analitico).

4.4.1 Soluzione standard madre

Pesare esattamente 250 mg di diciandiammide standard (4.4) in matraccio tarato da 50 mL e aggiungere 25 mL di metanolo (4.1), porre in bagno ad ultrasuoni per 10 minuti, lasciare raffreddare e portare a volume con metanolo (4.1).

4.4.2 Soluzioni standard per taratura.

La soluzione madre viene diluita con acqua distillata (Milli-Q) in modo da ottenere 5 soluzioni standard con le seguenti concentrazioni: 10 mg/L, 25 mg/L, 50 mg/L, 75 mg/L, 100 mg/L.

5. *Apparecchiatura*

5.1 Strumento HPLC Helwett Packard mod. 1100 con DAD detector;

5.2 Colonna Phenomenex Synergy 4 μ POLAR-RP 80A 250x2 mm.

Condizioni operative:

Soluzione eluente:	acqua Milli-Q: 95% acetonitrile (4.2): 5% (v/v)
Flusso:	0,25 mL/min
Temperatura:	25° C
Volume iniezione:	2 μL
Lunghezza d'onda:	210 nm
Tempo di ritenzione:	circa 3 minuti

5.3. Bagno ad ultrasuoni;

5.4. Filtri di carta (S&S Ø 125 mm, 589^2);

5.5. Vetrerie ed apparecchiature di laboratorio di uso corrente.

6. *Procedimento*

6.1. Preparazione del campione di concime

Pesare con la precisione di 1 mg, 1 g di concime azotato contenente l'inibitore della nitrificazione in un matraccio tarato da 50 mL, aggiungere 25 mL di metanolo (4.1) e porre in bagno ad ultrasuoni (5.3) per 20 minuti. Lasciare raffreddare e portare a volume con metanolo (4.1). Filtrare quindi tale soluzione su filtro di carta (5.4). Prelevare successivamente 1 mL del filtrato, porlo in un matraccio tarato da 100 mL e portarlo a volume con acqua Milli-Q. Porre tale soluzione in vial e iniettarla nel sistema cromatografico HPLC.

6.2. Determinazione cromatografica

Costruire una retta di taratura mediante l'iniezione delle soluzioni standard (esterno) di diciandiammide 10 mg/L, 25 mg/L, 50 mg/L, 75 mg/L, 100 mg/L. (4.3.2.).
Rilevare i valori in assorbanza per le soluzioni standard di diciandiammide e per la soluzione del campione.
Utilizzando la curva di taratura predisposta, risalire dal valore di assorbanza del campione al valore di concentrazione.

7. *Espressione dei risultati*

La concentrazione di diciandiammide (DCD) viene espressa in $mg \times g^{-1}$ sul campione tal quale secondo la formula:

$$DCD\ (mg \times g^{-1}\ t.q.) = \frac{A \times D \times V}{m}$$

dove:

A: concentrazione della diciandiammide (DCD) nella soluzione del campione, espressa in $mg \times L^{-1}$;

D: fattore di diluizione (D = 1 se la soluzione in esame non è stata diluita);

V: volume di estraente espresso in litri (0,050 L);

m: mass del campione di concime, espressa in g.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione dell'idrochinone

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo per la determinazione dell'idrochinone, molecola con funzioni di inibitore dell'ureasi.

2. *Campo di applicazione*

Il metodo si applica ai concimi azotati solidi contenenti inibitori dell'ureasi, per i quali è richiesta la dichiarazione del contenuto in idrochinone.

3. *Principio*

Il metodo si basa sull'estrazione dell'idrochinone (HYQ) con acido acetico, e successiva eluizione con soluzione di acido acetico 1% (v/v). La misura quantitativa dell'HYQ viene effettuata mediante cromatografia HPLC.

4. *Reattivi*

Utilizzare acqua distillata (Milli-Q) e reagenti con grado di purezza analitico per HPLC.

4.1. Acido acetico glaciale (CH_3CO_2H);

4.2. Acido acetico (CH_3CO_2H), all'1%;

4.3. Idrochinone (standard analitico);

4.3.1. Soluzione standard madre

Pesare 500 mg di idrochinone in un matraccio da 100 mL e aggiungere 50 mL di acido acetico 1% (4.2.). Lasciare in bagno ad ultrasuoni per 10 minuti, lasciare raffreddare e portare a volume con acido acetico 1% (4.2.).

4.3.2. Soluzioni standard per taratura.

Diluire la soluzione standard madre con acido acetico 1% (4.2.) in modo da ottenere 5 soluzioni standard con le seguenti concentrazioni: 10 mg/L, 25mg/L, 50 mg/L, 75 mg/L, 100 mg/L.

5. *Apparecchiatura*

5.1. Strumento HPLC con DAD detector;

5.2. Colonna tipo Phenomenex Synergy 4 μ POLAR-RP 80A, 250x2 mm.

Condizioni operative:

Soluzione eluente:	acido acetico 1% (v/v)
Flusso:	0,25 mL/min
Temperatura:	25 °C
Volume iniezione:	10 μL
Lunghezza d'onda:	294 nm
Tempo di ritenzione:	circa 8 minuti

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

5.3. Bagno ad ultrasuoni;

5.4. Filtri di carta (S&S Ø 125 mm, 589^2);

5.5. Vetrerie ed apparecchiature di laboratorio di uso corrente.

6. *Procedimento*

6.1. Preparazione del campione di concime

Pesare con la precisione di 1 mg, 1 g di concime azotato contenente l'inibitore dell'ureasi in un matraccio tarato da 50 mL, aggiungere 25 mL della soluzione di acido acetico 1% (4.2.) e lasciare in bagno ad ultrasuoni (5.3.) per 20 minuti. Quindi lasciare raffreddare e portare a volume con acido acetico 1% (4.2.). Filtrare quindi tale soluzione su filtro di carta (5.4.). Porre la soluzione così ottenuta in vial e iniettarla nel sistema cromatografico HPLC, previa eventuale diluizione con acido acetico 1% (4.2.).

6.2. Determinazione cromatografica

Il metodo prevede l'utilizzazione dello standard esterno per l'ottenimento di una retta di taratura mediante l'iniezione delle soluzioni standard di idrochinone 10 mg/L, 25 mg/L, 50 mg/L, 75 mg/L, 100 mg/L. (4.3.2.).
Rilevare i valori in assorbanza per le soluzioni standard di idrochinone e per la soluzione del campione.
Utilizzando la curva di taratura predisposta, risalire dal valore di assorbanza del campione al valore di concentrazione.

7. *Espressione dei risultati*

La concentrazione dell'idrochinone (HYQ) viene espressa in $mg \times g^{-1}$ sul campione tal quale secondo la formula:

$$HYQ\ (mg \times g^{-1}\ t.q.) = \frac{A \times D \times V}{m}$$

dove:
A: concentrazione dell'idrochinone (HYQ) nella soluzione del campione, espressa in $mg \times L^{-1}$;
D: fattore di diluizione (D = 1 se la soluzione in esame non è stata diluita);
V: volume di estraente espresso in L (0,050 L);
m: massa del campione di concime, espressa in g.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione dell'azoto della diciandiammide (DCD) come inibitore della nitrificazione

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo indiretto per la determinazione dell'azoto della diciandiammide (molecola con funzione di inibitore della nitrificazione) nell'urea, nel solfato ammonico e nel solfonitrato ammonico.

2. *Campo di applicazione*

Il metodo si applica ai concimi azotati solidi contenenti DCD come inibitore della nitrificazione, per i quali è richiesta la dichiarazione del contenuto in azoto della diciandiammide (DCD).

3. *Principio*

Il metodo si basa sull'estrazione, attraverso metanolo, della diciandiammide (DCD) inibitore della nitrificazione e successiva eluizione con soluzione acquosa di acetonitrile al 5% (v/v). La misura quantitativa della DCD viene effettuata mediante HPLC, con rivelazione spettrofotometrica UV a 210 nm: da essa si risale al contenuto di azoto derivante dalla DCD.

4. *Reattivi*

Utilizzare acqua distillata (Milli-Q) e reagenti con grado di purezza analitico per HPLC.

4.1 Metanolo (CH_3OH puro per analisi cromatografiche), soluzione al 99% v/v;

4.2 Acetonitrile (CH_3CN puro per analisi cromatografiche), soluzione 5% v/v;

4.4 Diciandiammide (standard analitico).

4.4.1 Soluzione standard madre

Pesare esattamente 250 mg di diciandiammide standard (4.4) in matraccio tarato da 50 mL e aggiungere 25 mL di metanolo (4.1), porre in bagno ad ultrasuoni per 10 minuti, lasciare raffreddare e portare a volume con metanolo (4.1).

4.4.2 Soluzioni standard per taratura.

La soluzione madre viene diluita con acqua distillata (Milli-Q) in modo da ottenere 5 soluzioni standard con le seguenti concentrazioni: 10 mg/L, 25 mg/L, 50 mg/L, 75 mg/L, 100 mg/L.

5. *Apparecchiatura*

5.1 Strumento HPLC Hewlett Packard mod. 1100 con DAD detector;

5.2 Colonna Phenomenex Synergy 4 µ POLAR-RP 80A 250x2 mm.

Condizioni operative:

Soluzione eluente:	acqua Milli-Q: 95% acetonitrile (4.2): 5% (v/v)
Flusso:	0,25 mL/min
Temperatura:	25° C
Volume iniezione:	2 µL
Lunghezza d'onda:	210 nm
Tempo di ritenzione:	circa 3 minuti

5.3. Bagno ad ultrasuoni;

5.4. Filtri di carta (S&S Ø 125 mm, 589^2);

5.5. Vetrerie ed apparecchiature di laboratorio di uso corrente.

6. *Procedimento*

6.1. Preparazione del campione di concime

Pesare con la precisione di 1 mg, 1 g di concime azotato contenente l'inibitore della nitrificazione in un matraccio tarato da 50 mL, aggiungere 25 mL di metanolo (4.1) e porre in bagno ad ultrasuoni (5.3) per 20 minuti. Lasciare raffreddare e portare a volume con metanolo (4.1). Filtrare quindi tale soluzione su filtro di carta (5.4). Prelevare successivamente 1 mL del filtrato, porlo in un matraccio tarato da 100 mL e portarlo a volume con acqua Milli-Q. Porre tale soluzione in vial e iniettarla nel sistema cromatografico HPLC.

6.2. Determinazione cromatografica

Costruire una retta di taratura mediante l'iniezione delle soluzioni standard (esterno) di diciandiammide 10 mg/L, 25 mg/L, 50 mg/L, 75 mg/L, 100 mg/L. (4.3.2.).
Rilevare i valori in assorbanza per le soluzioni standard di diciandiammide e per la soluzione del campione.
Utilizzando la curva di taratura predisposta, risalire dal valore di assorbanza del campione al valore di concentrazione.

7. *Espressione dei risultati*

La concentrazione dell'azoto della diciandiammide (DCD) viene espressa in $mg \times g^{-1}$ sul campione tal quale secondo la seguente formula:

$$N\ (mg \times g^{-1}\ t.q.) = \frac{A \times D \times V}{m} \times 0.667$$

dove:

A: concentrazione della diciandiammide (DCD) nella soluzione del campione, espressa in $mg \times L^{-1}$;
D: fattore di diluizione (D = 1 se la soluzione in esame non è stata diluita);
V: volume di estraente espresso in litri (0,050 L);
m: massa del campione di concime, espressa in g.
0.667: fattore di conversione della DCD in azoto.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione della curva di cessione dell'azoto nei concimi ricoperti

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo per la determinazione della curva di cessione dell'azoto nei concimi NPK ricoperti.

2. *Campo di applicazione*

Il metodo è applicabile a tutti i concimi NPK parzialmente ricoperti (minimo 25%) e totalmente ricoperti.

3. *Principio*

Il concime, mescolato omogeneamente con sabbia di quarzo e posto in colonna di vetro, viene dilavato giornalmente con acqua per un determinato periodo di tempo, interrompendo la prova quando l'azoto dilavato si avvicina al 100 %.

4. *Reattivi*

Nel corso dell'analisi utilizzare acqua distillata o demineralizzata di purezza equivalente e reagenti di qualità analitica riconosciuta.

4.1. Sabbia di quarzo.

4.2. Lana di vetro.

5. *Apparecchiatura*

Attrezzatura di laboratorio di uso comune. In particolare:

5.1. Colonna cromatografica di diametro di circa 2 cm e di lunghezza variabile, definita in base al volume occupato dalla miscela concime + sabbia di quarzo.

5.2. Provette in plastica da 25 mL.

5.3. Pompa peristaltica.

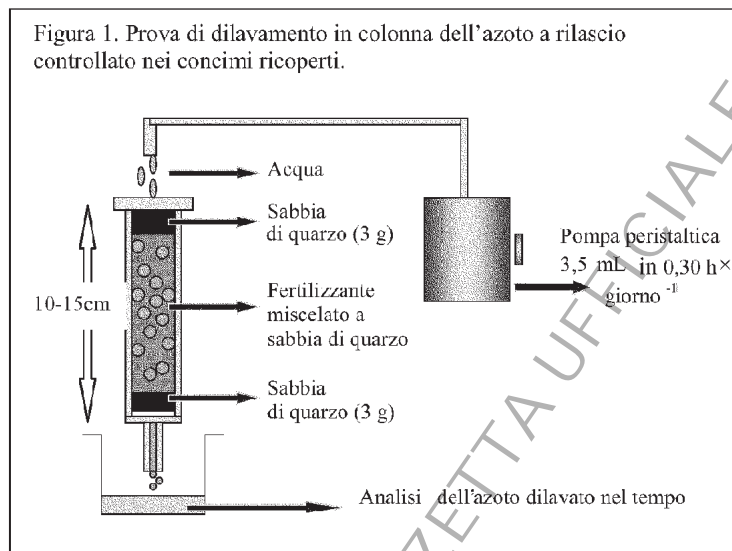
6. *Procedimento*

6.1 Dilavamento su colonna di sabbia di quarzo

Miscelare in modo omogeneo un quantitativo di concime contenente circa 300 mg di N con sabbia di quarzo (4.1.) in un rapporto sabbia/concime 3 a 1. Porre la miscela nella colonna cromatografica (5.1.), chiusa in uscita da un sottile strato (≈3 mm) di lana di vetro (4.2.), avendo cura di porre tra la lana di vetro e la miscela sabbia/concime, nonché al termine della colonna stessa due strati di sabbia di quarzo di 3,0 g (come descritto in Figura 1).

Apportare quindi giornalmente, facendo percolare attraverso la colonna, un volume di acqua distillata pari a 3,5 mL per 30 minuti ogni giorno ($3,5\ mL \times 30\ minuti^{-1} \times giorno^{-1}$), mediante l'ausilio di una pompa peristaltica (5.3.). Raccogliere quindi l'eluato dalla colonna in provette di materiale plastico da 25 mL (5.2.), determinando per ciascuna soluzione eluita il contenuto in azoto rilasciato. La prova di eluizione verrà terminata

quando la percentuale di azoto eluito (rispetto al totale contenuto nel concime miscelato in colonna, 300 mg) corrisponderà al 100 %. I tempi di durata della prova saranno conseguentemente legati alla velocità di rilascio dell'elemento da parte del concime ricoperto.

Figura 1. Prova di dilavamento in colonna dell'azoto a rilascio controllato nei concimi ricoperti.

6.2 Determinazione dell'azoto nelle frazioni eluite

Il contenuto in azoto nelle differenti frazioni acquose raccolte a seguito del dilavamento della colonna verrà determinato mediante l'applicazione dei metodi analitici ufficiali utilizzati per la misurazione dell'azoto ammoniacale, nitrico od ureico (DM 24/03/86).

7. *Espressione dei risultati*

L'espressione dei risultati deve essere fornita mediante la definizione di una curva di rilascio della percentuale di azoto dilavato nel tempo rispetto al contenuto in azoto totale (curva cumulativa).

Per determinare la quantità di azoto rilasciato a seguito del dilavamento i-esimo, si utilizza la seguente formula:

$$N(i)_{rilasciato} = N(i)_{eluito} \times V(i)$$

dove:

$N(i)_{rilasciato}$ = azoto contenuto nell'eluato al dilavamento i-esimo, espresso in mg

$N(i)_{eluito}$ = azoto determinato nell'eluato al dilavamento i-esimo, espresso in mg/L

V(i) = volume dell'eluato, espresso in litri (per 3,5 mL = 0,0035 L)

i (1, 2, ...,n) = dilavamenti giornalieri successivi

La percentuale di azoto rilasciato al tempo i-esimo sarà definito dalla seguente formula:

$$N(i)_{rilasciato} (\%) = N(i)_{rilasciato} \times 100/N_{tot}$$

dove:

$N(i)_{rilasciato}$ (%) = azoto rilasciato nell'eluato al dilavamento i-esimo, rispetto all'azoto totale, espresso in percentuale

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

$N(i)_{rilasciato}$= azoto contenuto nell'eluato al dilavamento i-esimo, espresso in mg

N_{tot} = azoto totale posto in colonna (≈ 300 mg).

Per il calcolo del valore cumulativo dell'azoto rilasciato al dilavamento i-esimo, si utilizza la seguente formula:

$$N(i)_{cumulativo}(\%) = [\sum_{i=1}^{n} N(i)_{rilasciato}(\%)] \times 100 / N_{tot}$$

dove:

$N(i)_{cumulativo}(\%)$ = azoto rilasciato fino al dilavamento i-esimo in forma cumulata, espresso in percentuale

$\sum_{i=1}^{n} N(i)_{rilasciato}(\%)$ = sommatoria delle aliquote di azoto percentuale rilasciato nei dilavamenti dal primo all'i-esimo

N_{tot} = azoto totale posto in colonna (≈ 300 mg).

Costruire infine la curva di rilascio ponendo sulle ascisse il tempo, espresso in giorni, e sulle ordinate la percentuale di azoto rilasciato al dilavamento i-esimo, in forma cumulata $N(i)_{cumulativo}(\%)$.

8. *Note*

La procedura descritta è efficacemente applicabile a tutti i concimi ricoperti. Essa può in taluni casi comportare periodi di prova anche di 60-90 giorni, dipendendo dalle caratteristiche della ricopertura del concime stesso.

Nel caso di concimi ricoperti con strato di zolfo, a seguito della prima aggiunta di acqua alla miscela sabbia/concime, il recupero del volume di eluato può non essere quantitativo, a causa dell'adsorbimento dell'acqua stessa sui granuli di S. Si consiglia in tali casi di aumentare il primo volume di acqua di eluizione da 3,5 a 5,0 mL, mantenendo costante la pressione sulla colonna applicata mediante la pompa peristaltica e tenendo conto di tale variazione di volume nei calcoli successivi.

In taluni casi, soprattutto per concimi ad elevato contenuto percentuale di azoto, il quantitativo in peso di concime contenente 300 mg di N da porre in colonna può risultare esiguo, così da non permettere (anche a seguito della miscelazione con la sabbia di quarzo in rapporto 1:3) la formazione di uno strato sufficiente di inerte da utilizzare per il percolamento. Si consiglia perciò di moltiplicare × 3 o × 5 tutti i quantitativi (concime e sabbia di quarzo) da porre in colonna, moltiplicando analogamente per un uguale fattore il volume di acqua da eluire giornalmente attraverso il sistema.

Per la valutazione delle caratteristiche di lento rilascio, è possibile far riferimento ai criteri riportati nell'Annex A della normativa EN 13266 per la definizione di lento rilascio dei concimi ricoperti (basata sulla procedura estrattiva discontinua in acqua fredda), di seguito riportati:

Criteri per la definizione di lento rilascio di un concime ricoperto:
1) non più del 15 % del contenuto totale del nutriente deve essere rilasciato in 24 ore;
2) non più del 75 % del contenuto totale del nutriente deve essere rilasciato in 28 giorni;
3) non meno del 75 % del contenuto totale del nutriente deve essere rilasciato nei tempi dichiarati in etichetta.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Separazione delle resine anioniche/cationiche, determinazione del rapporto resine anioniche/cationiche e della capacità di scambio cationico

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo per:
- la separazione delle resine anioniche/cationiche;
- la determinazione del rapporto resine anioniche/cationiche;
- la determinazione della capacità di scambio cationico.

2. *Campo di applicazione*

Il metodo è applicabile agli ammendanti e correttivi diversi "Resina sintetica insolubile a scambio cationico" e per i futuri fertilizzanti inseriti in legge caratterizzati da scambio cationico.

3. *Principio*

La separazione delle resine anioniche da quelle cationiche viene effettuata per precipitazione in presenza di NaOH.
Il rapporto fra i due tipi di resine viene calcolato come rapporto in peso fra le resine anioniche e le resine cationiche nelle forme desaturate (rispettivamente, OH^- e H^-).
La determinazione della capacità di scambio cationico viene effettuata per titolazione con HCl 0,1 M utilizzando un titolatore automatico dotato di un elettrodo a pH e come punto finale della titolazione pH 7.

4. *Reattivi*

Nel corso dell'analisi utilizzare acqua deionizzata o demineralizzata di purezza equivalente e reagenti di qualità analitica riconosciuta.

4.1. Acido cloridrico, HCl, al 35%.

4.2. HCl, soluzione 0,1 M

Diluire 8,3 mL di HCl (4.1.) in 1.000 mL di acqua, omogeneizzare. Se correttamente conservata questa soluzione ha una durata di 2 mesi.

4.3. Sodio idrossido, NaOH, > 99%.

4.4. Sodio idrossido, NaOH soluzione 0,1 M

Pesare 4 g di NaOH (4.3.) con una precisione di 0,01 g e porlo in un pallone tarato da 1.000 mL, aggiungere circa 600 mL di acqua, agitare fino alla completa dissoluzione, portare a volume. La soluzione deve essere conservata in un contenitore dotato di una chiusura ermetica e mantenuta a +4 °C. Se correttamente conservata la soluzione ha una durata di 2 mesi.

4.5. Idrossido di sodio, NaOH, soluzione 5 M

Pesare 200 g di NaOH (4.3.) con una precisione di 0,01 g e porlo in un pallone tarato da 1.000 mL, aggiungere circa 600 mL di acqua, agitare fino alla completa dissoluzione, portare a volume. La soluzione deve essere conservata in un contenitore dotato di una chiusura ermetica e mantenuta a +4 °C. Se correttamente conservata la soluzione ha una durata di 2 mesi.

5. *Apparecchiatura*

Nel corso dell'analisi utilizzare corrente attrezzatura e vetreria da laboratorio e in particolare:

5.1. Pesafiltro in vetro.

5.2. Bilancia analitica.

5.3. Stufa per umidità (105 °C).

5.4. Essiccatore.

5.5. Imbuto separatore da 1000 mL.

5.6. Colonna cromatografica lunga 30 cm con diametro interno di 2,5 cm.

5.7. pH-metro.

5.8. Crogioli filtranti con setto poroso da 50 mL.

5.9. Pompa a vuoto.

6. *Procedimento*

6.1. Determinazione della sostanza secca

In un pesafiltro (5.1.) tarato a 105 °C, pesare su bilancia analitica (5.2.) circa 5 g di campione e annotare la pesata. Porre il pesafiltro in stufa (5.3.) e portare la temperatura a 80 °C per 2 ore, poi alzare la temperatura fino a 105 °C per 6 ore. Quindi, mettere il pesafiltro in un essiccatore (5.4.) e dopo il raffreddamento pesarlo su bilancia analitica. Il contenuto in sostanza secca (SS %) viene così calcolato:

$$SS\,(\%) = \frac{PS - T}{P} \cdot 100$$

dove:
PS = peso del pesafiltro con il campione essiccato (g),
T = peso del pesafiltro (g),
P = peso iniziale del campione (g).

6.2. Determinazione del rapporto fra resine anioniche e cationiche

In un beacker di vetro pesare circa 10 g di campione e, aiutandosi con 200 mL circa di una soluzione di NaOH 5 M (4.5.), travasare quantitativamente in un imbuto separatore (5.5.). Agitare il tutto per 3 minuti, quindi, lavando accuratamente le pareti dell'imbuto separatore aggiungere 300 mL circa di NaOH 5 M (4.5.). Le resine cationiche si depositano sul fondo in circa 10-15 minuti, mentre le anioniche affiorano in superficie. Raccogliere, quindi, le resine anioniche e cationiche, rispettivamente, in due colonne cromatografiche (5.6.). Desaturare le resine cationiche nella colonna cromatografica (5.6.) procedendo ad un lavaggio con acqua deionizzata fino a quando l'eluito non ha raggiunto pH 7 (5.7.). Successivamente, caricare la colonna (5.6.) con 500 mL di HCl 0,1 M (4.2.) lasciando filtrare la soluzione acida lungo la colonna (5.6.) alla velocità di circa 100 mL/h (1,5 mL/min). Terminata tale operazione caricare la colonna (5.6.) con acqua deionizzata e lavare fino a quando l'eluito che fuoriesce non ha raggiunto pH 7 (5.7.). Caricare le resine anioniche con 500 mL di NaOH 0,1 M (4.4.), lasciando scendere la soluzione alla velocità di 100 mL/h (1,5 mL/min). Terminata tale operazione caricare la colonna (5.6.) con acqua deionizzata e lavare fino a quando l'eluito che fuoriesce non ha raggiunto pH 7 (5.7.). Travasare quindi le resine con l'aiuto

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

di acqua deionizzata in due crogioli filtranti (5.8.), preventivamente tarati a 105 °C (T). Fissare i crogioli su una beuta a collo d'oca e collegare alla beuta una pompa a vuoto aspirante (5.9.) che, terminato il travaso delle resine, si lascia collegata per altri 5 minuti circa. Le resine vengono quindi disidratate in stufa (5.3.) secondo la metodologia descritta in 6.1. Terminato l'essiccamento determinare il peso secco delle resine anioniche e cationiche. Il rapporto resine anioniche/cationiche (R) viene così espresso:

$$R = \frac{PSa}{PSc}$$

dove:
PSa = peso secco resine anioniche,
PSc = peso secco resine cationiche.

6.3. Determinazione della capacità di scambio cationico

Noto il contenuto in resine cationiche della miscela, pesare su bilancia analitica (5.2.) un'aliquota di campione contenente circa 2 g di resine cationiche e annotare la pesata. Procedere quindi alla separazione delle resine cationiche dalle anioniche e alla desaturazione delle sole resine cationiche come descritto nel paragrafo 6.2. Alla parte terminale della colonna (5.6.), collegare una pompa a vuoto aspirante (5.9.) per 10 minuti in modo da poter eliminare tutta l'acqua in eccesso. Caricare ora la colonna con NaOH 0,1 M (4.4.), lasciare scendere la soluzione ad una velocità di 100 mL/h (1,5 mL/min) e raccogliere l'eluato in un matraccio tarato da 500 mL fino al suo riempimento. Dalla soluzione raccolta, dopo opportuna omogeneizzazione, prelevare con pipetta tarata 50 mL di soluzione e porla in una beuta da 250 mL. Titolare la soluzione con HCl 0,1 M (4.2.) utilizzando come indicatore la fenolftaleina (vedi nota 1). In alternativa, impiegare un pH-metro (5.7.) programmando come punto finale della titolazione pH = 7. Contemporaneamente effettuare la titolazione di 50 mL di NaOH 0,1 M (4.4.) utilizzato per l'eluizione delle resine come bianco. La capacità di scambio cationico (CSC) del prodotto sul peso secco viene così calcolata:

$$CSC\ (meq / 100\ g) = 100 \cdot (A - B) \cdot M \cdot f / P \cdot SS$$

dove:
A = mL di HCl 0,1 M usati per la titolazione del bianco;
B = mL di HCl 0,1 M usati per la titolazione dell'eluito;
M = molarità corretta dell'HCl 0,1 M secondo il seguente calcolo:

$$M = \frac{mL\ NaOH \cdot molarità\ NaOH}{A} = \frac{50 \cdot 0{,}1}{A}$$

f = fattore di diluizione (500 mL / 50 mL = 10);
P = massa in grammi del campione di resina;
100 = fattore di correzione (g→100 g);
SS = peso secco della resina (%).

7. *Nota*

La capacità di scambio cationico (CSC) viene espressa in millequivalenti (meq) rispetto a 100 g di peso secco della resina saturata nella forma commercializzata (meq/100 g). Nel Sistema Internazionale, per esprimere la capacità di scambio cationico (CSC), si utilizza la centimole carica per kg di materiale ($cmol_c\ kg^{-1}$), tuttavia, si ricorda che esiste una perfetta equivalenza fra le due unità di misura.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione della finezza di macinazione dei concimi fosfatici per via secca

1. *Oggetto*

Il presente documento descrive un metodo di determinazione della finezza di macinazione dei concimi fosfatici.

2. *Campo di applicazione*

Il presente metodo è applicabile ai soli prodotti per i quali può essere garantita una data finezza.

Sono esclusi i prodotti seguenti :

- i prodotti molto umidi, quali i fanghi e le sospensioni ;
- i prodotti di consistenza bagnata che, in fase di essiccazione preliminare, si impaccano a tale punto da causare l'alterazione irreversibile delle loro proprietà granulometriche ;
- i prodotti granulari e compattati nei quali deve essere determinata la finezza degli elementi di base;

3. *Principio*

Il campione viene vagliato per via secca con uno o più vagli inseriti in uno staccio meccanico. La finezza al vaglio di x mm. è la frazione di materia che ha attraversato le maglie di quel specifico vaglio.

4. *Apparecchiatura*

4.1 Staccio meccanico, a vibrazioni verticali o a scosse orizzontali dotato di fondo idoneo, di vaglio (4.2) e di coperchio.

4.2 Vaglio circolare, di diametro 200 mm ed altezza 50 mm, a maglie quadrate con aperture inferiori a 1 mm e setacci o vagli a fori tondi con aperture superiori o uguali a 1 mm.

5. *Procedimento*

5.1 Metodo generale

Trattare il campione da analizzare in laboratorio (campione finale) di peso non inferiore a 500 g in modo tale che diventi campione rappresentativo dell' intera campionatura.

5.2 Metodo per campioni eterogenei

Qualora il campione inviato al laboratorio fosse costituito da soli pezzi di notevole dimensione che diventasse impossibile isolarne una piccola quantità (circa 50 g), considerare, quale campione da analizzare, l'intero lotto di materia disponibile.

5.3 Metodo per prodotti umidi

Qualora si verificasse il riempimento completo del vaglio in fase di vagliatura con prodotti umidi e l'essiccazione preliminare non provocasse alcun impaccamento, procedere preventivamente all'essiccazione.

5.4 Procedimento analitico per campioni omogenei

Pesare (approssimazione di 0,01 g) il o i vagli vuoti ed il fondo stesso del vaglio o dei vagli prima di dar inizio alle prove. Inserire il vaglio o i vagli ed il fondo stesso del o dei vagli sullo staccio, avendo cura di sistemare in alto i vagli con aperture più larghe.

Pesare (approssimazione di 0,01 g) 50 g del campione da analizzare (massa m) e deporre detta quantità sul vaglio superiore. Collocare il coperchio sullo staccio e procedere alla vagliatura per 10 minuti esatti. Pesare il fondo del vaglio con i residui raccolti (approssimazione di 0,01 g). Eliminare i residui raccolti sul fondo del vaglio, rimettere in marcia lo staccio per un altro minuto e ripesare il fondo del vaglio con tutti i residui nuovamente raccolti. Qualora il peso risultasse superiore di 0,25 g rispetto a quello dell'ultima pesata, vagliare per un altro minuto ancora. Ripetere l'operazione fino ad ottenere una massa inferiore a 0,25 g. rispetto all'ultima pesata. Infine pesare (con approssimazione di 0,01 g) ogni vaglio con il rispettivo contenuto (residuo). Determinare per ciascun vaglio la propria massa di residuo equivalente alla differenza tra le pesata con o senza residuo.

In caso di vagli con aperture inferiori a 0,2 mm, è opportuno pulirne il fondo con una spazzola e, prima di pesarli, aggiungere al peso del residuo raccolto o del fondo stesso del vaglio la materia così recuperata.

5.5 Procedimento analitico per campioni eterogenei

Vagliare manualmente il campione da analizzare con un vaglio tarato per aperture di maglie di 5 mm. Omogeneizzare la frazione vagliata mescolando energicamente. Pesare il residuo raccolto e mettere da parte detta frazione. Proseguire le operazioni come descritte al punto 5.1 considerando, quale campione da analizzare, 50 g della frazione vagliata ed omogeneizzata.

6. *Espressione dei risultati*

La finezza al vaglio con apertura di maglie di x mm. viene espressa in percentuale rispetto alla massa totale e calcolata secondo la formula seguente :

Calcolo per campioni omogenei:

$$Fz = \frac{(m - {}^{n}N_{l=1})}{m} = 100\ \%$$

in cui :

Fz è la finezza al vaglio di x mm, espressa in % (m/m);

m è la massa del campione analizzato, espressa in g;

${}^{n}N_{l=1}$ è la somma delle masse dei residui dei vagli da 1 a n inclusi;

N è la massa del residuo raccolto su ciascun vaglio con apertura delle maglie superiori o uguali a x mm, espressa in g;

l è l'indice variabile da 1 a n, riportato in ordine decrescente di apertura delle maglie, in modo tale che 1 sia riferito al vaglio superiore ed n al vaglio di x mm.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Calcolo per campioni eterogenei:

$$Fz = \frac{(m - nN)_{l=1}}{m} = 100 \%$$

dove:

Fz è la finezza al vaglio di x mm., espressa in % (m/m) :

m è la massa del campione analizzato prelevato dalla frazione vagliata su 5 mm, espressa in g;

nN_{l-1} è la somma delle masse dei residui raccolti sui vagli da 1 a n inclusi;

N è la massa del residuo raccolto su ciascun vaglio con apertura delle maglie superiori o uguali a x mm., espressa in g;

l è l'indice variabile da 1 a n, riportato in ordine decrescente, di apertura delle maglie, in modo tale che 1 sia riferito al vaglio superiore ed n al vaglio di x mm;

p è la massa del campione da analizzare, trattato in fase di vagliatura su 5 mm, espressa in g;

q è la massa del residuo raccolto sul vaglio di 5 mm., espressa in g.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione della finezza dei concimi fosfatici per via umida

1. *Oggetto*

Il presente documento descrive un metodo di determinazione della finezza di macinazione dei concimi fosfatici.

2. *Campo di applicazione*

Il presente documento è applicabile ai prodotti aventi le seguenti caratteristiche:

- i prodotti molto umidi, quali i fanghi e le sospensioni ;
- i prodotti di consistenza bagnata che si impaccano in fase di essiccazione preliminare a tal punto da causare l'alterazione irreversibile delle loro proprietà granulometriche;
- i prodotti granulari e compattati nei quali deve essere determinata la finezza degli elementi di base.

3. *Principio*

Il campione viene vagliato per via umida con uno o più vagli inseriti in uno staccio meccanico. Il residuo successivamente raccolto viene essiccato. La finezza al vaglio di x mm. è la frazione secca di materia che ha attraversato le maglie di quel specifico vaglio. Per poter determinare la finezza degli elementi di base dei prodotti granulari, il campione da analizzare, prima di essere vagliato, va disgregato in acqua.

4. *Apparecchiatura*

4.1 Staccio meccanico, a vibrazioni verticali o a scosse orizzontali dotato di fondo idoneo, di vaglio (4.2) e di coperchio spruzzatore.

4.2 Vagli circolari, di diametro 200 mm. ed altezza 50 mm, a maglie quadrate per aperture inferiori a 1 mm. e setacci a fori tondi per aperture di 1 o più mm.

4.3 Stufa a temperatura regolabile.

5. *Procedimento*

Trattare il campione da analizzare in laboratorio (campione finale) di peso non inferiore a 500 g in modo tale che diventi campione rappresentativo dell'intera campionatura.

5.1 Procedimento analitico generale

Prima di dare inizio alle prove, pesare ogni recipiente vuoto, secco di 200 ml (approssimazione di 0,01 g) fornito a corredo di ciascun vaglio da utilizzare. Inserire il o i vagli ed il fondo del o dei vagli sullo staccio, avendo cura di sistemare in alto i vagli con aperture più larghe.

Pesare (approssimazione di 0,01 g) 50 g del campione da analizzare (massa m) e deporre detta quantità sul vaglio superiore. Collocare il coperchio sull'apparecchio, aprire la presa d'acqua e procedere alla vagliatura per 10 minuti esatti. Regolare il flusso dell'acqua da 2 a 2,5 litri al minuto. Travasare con acqua il residuo raccolto su ciascun vaglio in un recipiente di 200 ml, pesato in precedenza (approssimazione di 0,01 g). Lasciare decantare il residuo ed eliminare il più possibile il liquido rimasto in superficie avendo cura di non asportare la materia sedimentata. Porre il o i rispettivi

recipienti per 5 ore in una stufa (3.3) alla temperatura di 105±2°C. Lasciare raffreddare in un essiccatore e pesare (con approssimazione di 0,01 g). Determinare per ciascun recipiente la massa del residuo secco raccolto equivalente alla differenza tra le pesate con o senza residuo.

5.2 Procedimento analitico per la determinazione della finezza degli elementi di base dei prodotti granulari.

Pesare 50 g. del campione da analizzare (approssimazione di 0,01 g) (massa m) e versare tale quantità in un recipiente di 800 mL. Aggiungere 500 mL. di acqua e lasciare riposare per 5 minuti. Ad intervalli regolari agitare manualmente il recipiente per 20 secondi senza utilizzare alcun asta. Travasare con acqua sul vaglio superiore dello staccio e proseguire l'operazione secondo le modalità di cui al paragrafo 5.1.

5.3 Procedimento analitico per la determinazione del tenore in materia secca

Determinare il tenore in materia secca.

6. *Espressione dei risultati*

La finezza al vaglio con apertura di maglie di x mm. viene espressa in percentuale rispetto alla massa totale e calcolata secondo la formula seguente :

$$Fz = \frac{(\ (m - Wms) - (100 - n\ N)\ )_{l=1}}{(m - Wms)} = 100\ \%$$

dove:

Fz è la finezza al vaglio di x mm, espressa in % (m/m);

m è la massa del campione analizzato, espressa in g;

$n\ N_{l=1}$ è la somma delle masse dei residui dei vagli da 1 ad n inclusi;

Wms è il tenore in materia secca, espresso in % (m/m);

N è la massa del residuo raccolto su ciascun vaglio con apertura delle maglie superiori o uguali a x mm, espressa in g;

l è l'indice variabile da 1 a n, riportato in ordine decrescente, di apertura delle maglie, in modo tale che 1 sia riferito al vaglio superiore ed n al vaglio di x mm.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione della biodegradabilità della pellicola di pacciamatura a base di amido plastificato

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo per la determinazione della biodegradabilità aerobica della pellicola di pacciamatura a base di amido plastificato.

2. *Campo di applicazione*

Il presente metodo è applicabile ai prodotti ammendanti a base di pellicole di pacciamatura a base di amido plastificato.

3. *Principio*

Il metodo è basato su due prove di laboratorio standard. La prima prova **(Prova 1)** si basa sulla determinazione della CO_2 rilasciata dalla decomposizione biologica del carbonio organico della pellicola di pacciamatura a base di amido plastificato, dovuta all'azione di una popolazione microbica proveniente da fanghi attivi di un depuratore delle acque di scarico ed è identica alla prova standard ISO 14852 (*Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in an aqueous medium Method by analysis of evolved carbon dioxide*).[1] Il materiale in prova deve raggiungere un livello di biodegradazione pari al 90% del corrispondente valore raggiunto dalla cellulosa microcristallina, provata in parallelo come controllo positivo (biodegradazione relativa). Tale valore deve essere raggiunto in un periodo massimo di 180 giorni. Se il materiale in questo periodo non raggiunge la biodegradazione relativa del 90% ma mostra una biodegradazione relativa tra il 60% ed il 90%, allora il prodotto può essere considerato biodegradabile a condizione che superi un test supplementare, accelerato **(Prova 2)**, che tecnicamente è identico alla prova standard ISO 14855 (*Determination of the ultimate aerobic biodegradability and disintegration of plastic materials under controlled compostig conditions – Method by analysis of evolved carbon dioxide*). Il materiale in prova deve raggiungere un livello di biodegradazione relativa pari al 90% in un periodo massimo di 180 giorni.
Per riassumere: la dimostrazione della biodegradabilità della pellicola di pacciamatura a base di amido plastificato
deve essere raggiunta tramite la Prova 1. Un materiale che, durante la Prova 1 non raggiunge una biodegradazione del 60% in 180 giorni è da considerarsi non biodegradabile ai fini della presente applicazione. Se il materiale mostra entro 180 giorni un valore di biodegradazione compreso tra il 60 e il 90% è necessario applicare la Prova 2 e dimostrare una biodegradazione relativa del 90% in 180 giorni. Non è necessario applicare la Prova 2 se con la Prova 1 il materiale raggiunge in 180 giorni una biodegradazione relativa del 90% (Figura 1).

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Figura 1. Schema metodo di determinazione della biodegradabilità

Materiale di prova

PROVA 1

< 60% Biodegradazione: ≥ 90%

Prodotto non biodegradabile

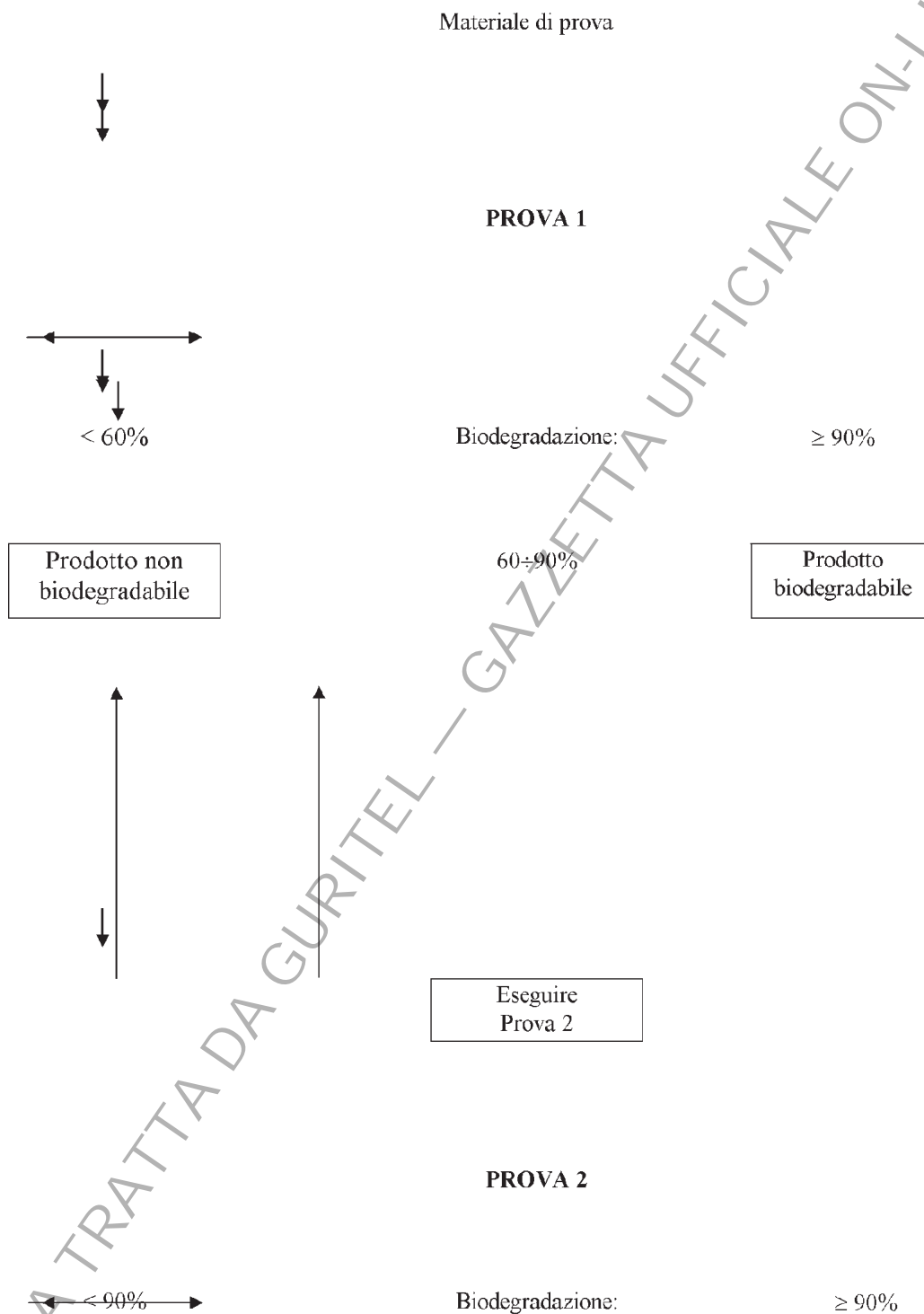
60÷90%

Prodotto biodegradabile

Eseguire Prova 2

PROVA 2

< 90% Biodegradazione: ≥ 90%

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

4. *Prova 1*

4.1 *Reattivi*

4.1.1.Acqua distillata.

4.1.2 Cellulosa microcristallina Avicel® (Merck)

4.1.3. Idrossido di bario idrato per analisi, $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$.

4.1.4 $Ba(OH)_2$ soluzione: sciogliere 8 g di sale idrato per analisi (4.1.3) in acqua distillata (4.1.1) e portare a volume di 1000 mL

4.1.5 NaOH 10N

4.1.6 Terreno di coltura standard

4.1.6.1 Soluzione A

Sciogliere:

KH_2PO_4	8,5 g
K_2HPO_4	21,75 g
$Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$	33,4 g
NH_4Cl	0,5 g (*)

in acqua distillata, portando a volume di 1000 mL in matraccio tarato.

(*) Nota: Rispetto a quanto riportato nella ISO 14852 è consigliabile aumentare la concentrazione di NH_4Cl fino ad un valore pari a 1,7 g , per assicurare una concentrazione di azoto sufficiente.

4.1.6.2 Soluzione B

Sciogliere 22,5g di $MgSO_4 \cdot 7 H_2O$ in acqua distillata, portando a volume di 1000 mL in matraccio tarato.

4.1.6.3 Soluzione C

Sciogliere 36,4 g di $CaCl_2 \cdot 2 H_2O$ in acqua distillata, portando a volume di 1000 mL in matraccio tarato.

4.1.6.4. Soluzione D

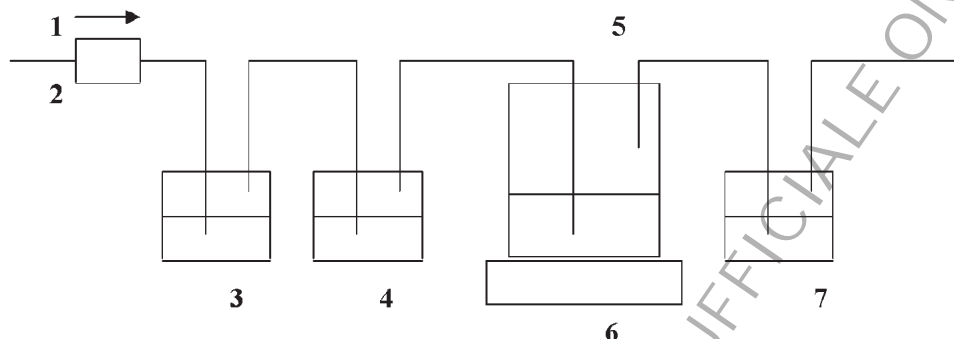
Sciogliere 0,25 g di $FeCl_3 \cdot 6 H_2O$ in acqua distillata, portando a volume di 1000 mL in matraccio tarato.

4.1.6.5. Preparazione

Per preparare 1 litro di terreno di coltura, aggiungere a 500 mL di acqua distillata 10 mL di soluzione A e 1 mL delle soluzioni B, C e D, rispettivamente. Aggiungere acqua distillata, portando a volume di 1000 mL in matraccio tarato.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

4.2. Apparecchiatura per Prova 1

Figura 2. Schema apparato per Prova 1

1 Aria compressa
2 Flussimetro
3 Bottiglia di decarbonatazione (NaOH 10 N) normalmente vengono collegate in serie 2 bottiglie
4 Indicatore di CO2 $Ba(OH)_2$
5 Reattore
6 Agitatore magnetico
7 Trappola per $CO_2 \cdot Ba(OH)_2$

4.2.1 Reattori
Utilizzare un reattore in vetro con un volume compreso tra 1 e 3 L. Utilizzare bottiglie tipo Drechsel del volume di 1 L per la decarbonatazione dell'aria (nello schema 3 e 4) e del volume di 100 mL per le trappola per CO_2 (nello schema 7).

4.2.2 Agitatore magnetico
Utilizzare un agitatore magnetico con ancoretta per mantenere in agitazione i reattori per tutta la durata della prova.

4.2.3 Tubi di gomma
Utilizzare tubi di gomma per collegare il reattore e le altre bottiglie. Utilizzare prodotti impermeabili alla CO_2.

4.2.4 Altre apparecchiature
Pipette, cilindri e altre normale attrezzatura di laboratorio.

4.3 *Procedimento*

4.3.1. Preparazione dell'inoculo

4.3.1.1 Fango attivo
Prelevare, il giorno di inizio della prova, un campione di fango attivo, presso la vasca di ossidazione di un impianto di depurazione delle acque, civile o industriale. È possibile utilizzare anche una miscela di fanghi provenienti da due o più impianti diversi o miscele con estratti di compost o suolo (vedi 4.3.1.2). E' possibile integrare la miscela con fanghi acclimatati al materiale di prova, per diminuire la durata di eventuali fasi "*lag*". Prima

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

dell'uso determinare la concentrazione di solidi sospesi e diluire o concentrare, sino ad ottenere una concentrazione di 1 g/L, mantenendo in aerazione in laboratorio per 4-5 ore.

4.3.1.2 Suolo e/o compost

In alternativa è possibile utilizzare sospensioni di compost o suolo in acqua. Sospendere 10 g di suolo fertile o compost maturo proveniente da un impianto di compostaggio che tratta in maniera predominante rifiuti organici, in 100 mL di acqua distillata, agitare per 30 minuti, decantare e aggiungere nel reattore sino al raggiungimento di una concentrazione tra 1 e 5% V/V.

4.3.2 Preparazione del reattore

Riempire ciascun reattore da 3 L con 2900 mL di terreno di coltura standard e aggiungere 100 mL di inoculo (concentrazione solidi sospesi 1 g/L). Nel reattore si avrà una concentrazione finale di 33,33 mg/L di solidi sospesi. Adattare le quantità in modo proporzionale se si utilizzano reattori di dimensioni minori.

4.3.3 Materiale di prova

E' consigliabile effettuare la prova utilizzando il materiale sotto forma di polvere, in modo da rendere più veloce il processo di biodegradazione. La granulometria della polvere dovrebbe essere la più fine possibile. E' consigliabile aggiungere il materiale di prova in modo da raggiungere una concentrazione compresa tra i 30 e i 70 mg/L. Determinare la percentuale di carbonio presente nel materiale di prova.

4.3.4 Materiale di riferimento

Il materiale di riferimento da utilizzare è la cellulosa microcristallina AVICEL® prodotta da Merck. Determinare la quantità di carbonio presente nel materiale di riferimento.

4.3.5 Ambiente di prova

La prova deve essere condotta a temperatura ambiente, preferibilmente tra 20 e 25°C. Per gli scopi della presente applicazione non sono ammesse temperature di prova termofile, a differenza di quanto riportato negli standard internazionali ISO 14852 e ISO 14851. La massima temperatura ammissibile è pertanto fissata a 28°C.

4.3.6 Modo di operare

Per l'analisi di un campione prevedere i seguenti reattori:

- 2 reattori "bianchi", contenenti solamente il terreno di coltura e l'inoculo;
- 2 reattori per il materiale di prova;
- 2 reattori con il materiale di riferimento (cellulosa microcristallina Avicel).

Lo schema della prova è riassunto nella tabella 1:

Tabella 1

Reattore	Materiale di Prova	Materiale di riferimento	Inoculo
Bianco	-	-	+
Bianco	-	-	+
Materiale di prova	+	-	+
Materiale di prova	+	-	+
Riferimento	-	+	+
Riferimento	-	+	+

Riempire i reattori con terreno di coltura e collegarli alle bottiglie di decarbonatazione mediante l'uso di tubi di gomma. Iniziare a far fluire aria per 24 ore circa, in modo da

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

rimuovere la CO_2 presente. Il giorno successivo aggiungere il materiale di prova e di riferimento (come riassunto dalla tabella 1), e collegare le trappole di $Ba(OH)_2$ per i recupero della CO_2 proveniente dai reattori. È consigliabile porre in serie almeno tre trappole dopo ogni reattore. Il flusso di aria attraverso i reattori deve essere tale da garantire una quantità di ossigeno sufficiente per la prova, normalmente tra 50 e 100 mL/min. A intervalli regolari titolare con HCl 0,05 N la quantità di CO_2 evoluta dai reattori che ha reagito con le trappole di $Ba(OH)_2$. Per maggiori dettagli sul metodo di determinazione della CO_2, consultare l'Allegato B dello standard ISO 14852.
La prova può considerarsi conclusa quando le curve di biodegradazione dei materiali di prova raggiungono la fase di *plateau*, corrispondente alla cessazione di produzione netta di CO_2. In corrispondenza dell'ultimo giorno del test è necessario misurare il pH di tutti i reattori, aggiungendo 1 mL di HCl concentrato in modo da decomporre carbonati e bicarbonati e convertirli in CO_2. Far fluire ancora per 24 ore e misurare infine la quantità di CO_2 presente nella serie di trappole collegate ai reattori.

4.4 *Espressione* dei risultati

La biodegradazione dei campioni (% B) viene calcolata rapportando il valore cumulativo totale di CO_2 prodotta durante la prova [$(CO_2)c$] alla CO_2 teorica (T CO_2). Quest'ultima rappresenta la quantità massima di anidride carbonica che il campione in esame sarebbe in grado di liberare se tutto il suo carbonio fosse ossidato a CO_2.

$$\% B = \frac{(CO_2)c - (CO_2)b}{T\,CO_2} \times 100$$

dove:

$(CO_2)c$ = grammi di anidride carbonica prodotti nel reattore contenente il materiale di prova
$(CO_2)b$ = grammi di anidride carbonica prodotti nel reattore contenente il solo inoculo (prova in bianco)
T CO_2 = grammi di anidride carbonica teoricamente prodotti dal campione se tutto il carbonio venisse ossidato a CO_2

La biodegradazione relativa è il rapporto percentuale tra la biodegradazione media del materiale di prova e la biodegradazione media del materiale di riferimento

$$\text{Biodegradazione relativa} = \frac{\%\,B\ (\text{materiale di prova})}{\%\,B\ (\text{cellulosa})} \times 100$$

4.5 Validità dei *risultati*

Il test è considerato valido se:

- il grado di biodegradazione del materiale di riferimento è > 60% alla fine del test.
- la quantità di CO_2 prodotta dai reattori "bianchi" alla fine del test non supera i 90mg/L, utilizzando una concentrazione di solidi pari a 30 mg/L.

Prova 2

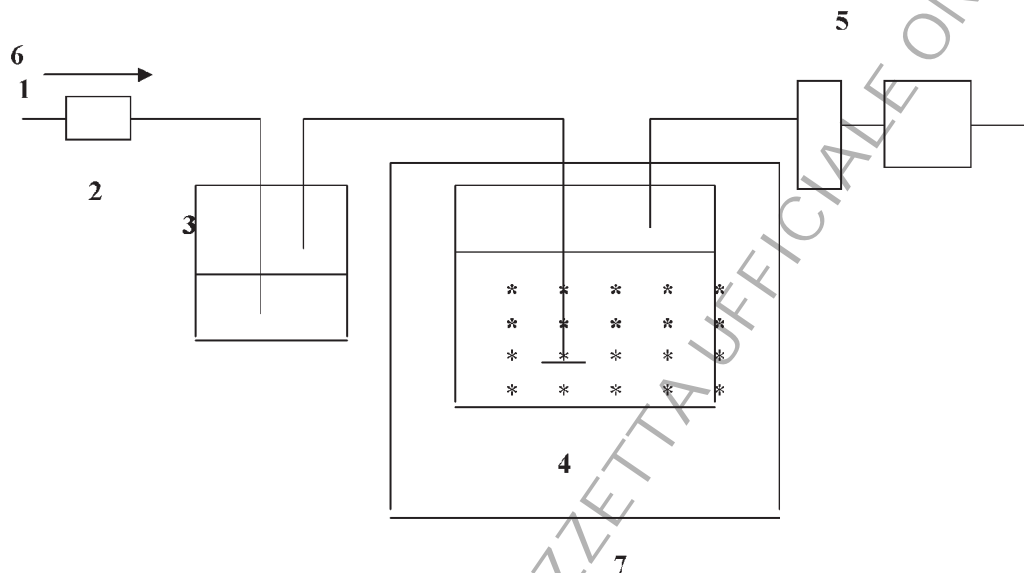
5.1 *Reattivi*

5.1.1.Acqua distillata.

5.1.2 Cellulosa microcristallina Avicel® (Merck)

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

5.2 Apparecchiatura per Prova 2

Figura 3. Schema apparecchiatura per Prova 2

1 Aria compressa
2 Riduttore di pressione
3 Bottiglia di decarbonatazione con soluzione NaOH (opzionale)
4 Reattore
5 Flussimetro
6 Sistema di misura della CO_2
7 Termostato o bagno termostatico

5.2.1. Reattore

Utilizzare un reattore in vetro con un volume almeno di 3 L , con chiusura ermetica e provvisto di tubo per flusso di gas con terminazione a "T" per meglio aerare la massa di compost.

5.2.2. Sistema di decarbonatazione

È possibile trattare l'aria di rete con una soluzione di NaOH allo scopo di eliminare la CO_2 presente. Tale operazione è opzionale. In alternativa è possibile usare aria compressa non decarbonata, misurare la concentrazione di CO_2 e sottrarre il valore ottenuto alle misure della concentrazione di CO_2 in uscita da ciascun reattore.

5.2.3. Tubi di gomma

Utilizzare tubi di gomma per i collegamenti. Utilizzare materiali impermeabili alla CO_2.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

5.2.4. bilancia tecnica

5.2.5. pHmetro

5.2.6. stufa

5.2.7. muffola

5.2.8. cilindri e altre normali attrezzature di laboratorio.

5.2.9. Sistema di misura della CO_2

La determinazione della **CO_2** proveniente dai reattori può essere misurata utilizzando un analizzatore infrarosso oppure con un gascromatografo.

5.3 *Procedimento*

5.3.1. Preparazione dell'inoculo

Prelevare l'inoculo presso un impianto di compostaggio che tratti preferibilmente la frazione organica dei rifiuti solidi urbani. Il compost deve essere omogeneo e privo di inerti, vetro, pietre, metallo. Prima dell'uso il compost deve essere setacciato a 0,5-1 cm di luce di maglia. Il tempo di compostaggio deve essere compresa tra 3 e 4 mesi.
Determinare i solidi totali (essiccamento in stufa a 105°C) e volatili (calcinazione in muffola a 550°C). I solidi totali dovrebbero essere circa il 50% del peso del compost umido, mentre i solidi volatili dovrebbero essere circa il 30% del peso secco. Il pH dell'inoculo, misurato in una sospensione preparata miscelando 1 parte di compost e 5 parti di acqua distillata, dovrebbe essere tra 7 e 9.

5.3.2 Preparazione del reattore

In un caso tipico si riempie il reattore con 600 g di inoculo, al quale viene miscelato il materiale di prova o di riferimento.

5.3.3 Materiale di prova

E' consigliabile provare il materiale sotto forma di polvere, in modo da rendere più veloce il processo di biodegradazione. La polvere dovrebbe essere la più fine possibile. In alternativa può essere utilizzato un film di basso spessore. La quantità da inserire in ciascun reattore dovrebbe essere tra i 50 e i 100 g. Determinare la quantità di carbonio.

5.3.4 Materiale di riferimento

Il materiale di riferimento da utilizzare è la cellulosa microcristallina AVICEL® prodotta da Merck. Determinare la quantità di carbonio presente nel materiale di riferimento.

5.3.5 Ambiente di prova

La prova deve essere condotta alla temperatura di 58(±2)°C in una stufa o in un bagno termostatico.

5.3.6 Modo di operare

Per l'analisi di un campione è necessario allestire i seguenti reattori:

- 3 reattori "bianchi" contenenti solamente il terreno di coltura e l'inoculo;
- 3 reattori per il materiale di prova;
- 3 reattori con il materiale di riferimento (cellulosa microcristallina Avicel).

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Lo schema della prova è riassunto in tabella 2:
Tabella 2

Reattore	**Materiale di Prova**	**Materiale di riferimento**	**Inoculo**
Bianco	-	-	+
Bianco	-	-	+
Bianco	-	-	+
Materiale di prova	+	-	+
Materiale di prova	+	-	+
Materiale di prova	+	-	+
Riferimento	-	+	+
Riferimento	-	+	+
Riferimento	-	+	+

Riempire i reattori con 600 g di compost umido e collegarli alla linea di decarbonatazione (opzionale) mediante l'uso di tubi di gomma. Verificare che la temperatura dei reattori sia di 58°C e iniziare a far fluire aria. Il flusso di aria attraverso i reattori deve essere sufficiente a garantire una quantità di ossigeno sufficiente per la prova, normalmente tra i 10 ed i 15 L/h. Ad intervalli regolari, sull'aria in uscita dai reattori viene misurata la concentrazione di CO_2.

5.4 *Espressione dei risultati*

La biodegradabilità dei campioni (% B) viene calcolata rapportando il valore cumulativo totale di CO_2 prodotta [$(CO_2)c$] alla CO_2 teorica (T CO_2). Quest'ultima rappresenta la quantità massima di anidride carbonica che il campione in esame sarebbe in grado di liberare se tutto il suo carbonio fosse ossidato a CO_2.

$$\% B = \frac{(CO_2)c - (CO_2)b}{T\,CO_2} \times 100$$

dove:

$(CO_2)c$ = grammi di anidride carbonica prodotti nel reattore contenente il materiale di prova
$(CO_2)b$ = grammi di anidride carbonica prodotti nel reattore contenente il solo inoculo (prova in bianco; media di tre repliche)
T CO_2 = grammi di anidride carbonica teoricamente prodotti dal campione se tutto il carbonio venisse ossidato a CO_2

La biodegradazione relativa è il rapporto percentuale tra la biodegradazione media del materiale di prova e la biodegradazione media del materiale di riferimento.

$$\text{Biodegradazione relativa} = \frac{\%\text{ B (materiale di prova)}}{\%\text{ B (cellulosa)}} \times 100$$

5.5 *Validità dei risultati*
Il test è considerato valido se:

- il grado di biodegradazione del materiale di riferimento è > 70% dopo 45 giorni di prova;
- la quantità di CO_2 prodotta dai reattori bianchi dopo 10 giorni di test è compresa tra i 50 e i 150 mg di CO_2 per grammo di solidi volatili.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione qualitativa e semi-quantitativa delle pellicole di pacciamatura a base di amido plastificato per spettroscopia infrarossa in trasformata di Fourier (FT-IR)

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo per la determinazione qualitativa e semi-quantitativa della pellicola di pacciamatura a base di amido plastificato.

2. *Campo di applicazione*

Il presente metodo è applicabile ai prodotti ammendanti a base di pellicole di pacciamatura a base di amido plastificato.

3. *Principio*

Il campione viene irraggiato all'infrarosso in trasformata di Fourier (FT-IR) a tutte le frequenze di interesse, determinando le lunghezze d'onda assorbite.

4. *Apparecchiatura*

4.1 Forbici

4.2 Slitta portacampioni in alluminio, con foro centrale di diametro 1-2 cm

4.3 Spettrofotometro infrarosso in trasformata di Fourier (FT-IR), con un intervallo di frequenze da 400 cm^{-1} a 4000 cm^{-1} (da 2,5 μm a 25 μm).

5. *Procedimento*

5.1. Preparazione del campione

Con delle forbici si ritaglia un quadrato di pellicola di pacciamatura di circa 5 cm di lato. Lo si stira manualmente in entrambe le direzioni per ridurne lo spessore. Nel caso di teli di 15μm è sufficiente un piccolo stiro, mentre per teli più spessi, lo stiro deve essere maggiore.
Si utilizza una slitta per campioni sotto forma di film, apparato che consiste in una lastra, generalmente in alluminio, che reca al centro un foro di diametro 1-2 cm. Il film viene montato sulla slitta in modo da ricoprire il foro. Una volta introdotta la slitta nello spettrometro, il campione viene così a trovarsi in posizione tale da essere colpito e attraversato dal raggio di eccitazione IR.
Lo spessore delle pellicole di pacciamatura è in genere tale da portare a saturazione lo spettro. Per questo motivo è necessario operare uno stiro manuale del campione prima di assicurarlo alla slitta.
Il campione stirato viene assicurato alla slitta portacampioni con del nastro adesivo (fare attenzione che il nastro non venga a trovarsi sopra al foro) e inserito nello spettrometro.
Si registra uno spettro rapido (una sola scansione manuale) per controllare che lo stiro fatto per evitare la saturazione sia sufficiente. La condizione di non saturazione è da considerarsi soddisfatta quando tutte le bande dello spettro, ad eccezione di una banda caratteristica a 1725 cm^{-1}, troppo intensa per non andare in saturazione, presentano un livello di trasmittanza maggiore del 5%. Se la condizione non è soddisfatta occorre ripetere la procedura di stiro su un nuovo campione aumentando il livello di stiro.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

5.2. Calibrazione

La lunghezza d'onda e l'assorbimento dovrebbero essere calibrati utilizzando degli standard raccomandati dal fornitore dello strumento (es: film di polistirene).

5.3. Registrazione dello spettro

Il test viene eseguito a temperatura ambiente (23 ± 2)°C, ponendo la cella di misura sotto flusso di azoto. Ciò favorisce l'allontanamento della CO_2 atmosferica.
Parametri di registrazione dello spettro:

- Risoluzione: 4,00 cm^{-1}
- Velocità: 0,2 cm/s (12 cm/min)
- Numero di scansioni: 16
- Gain: 1
- Intervallo di registrazione: (4000 – 400) cm^{-1}

Prima di registrare lo spettro assicurarsi, mediante l'esecuzione di una singola scansione manuale, che il segnale della CO_2 atmosferica (doppietto a circa 2300 cm^{-1}) sia scomparso o ridotto al minimo. In caso negativo, attendere un tempo sufficiente affinché il flusso di azoto nella cella di misura allontani la CO_2 residua.

5.4. Analisi qualitativa per l'identificazione della pellicola di pacciamatura in A base di amido plastificato

L'analisi qualitativa viene preceduta da una serie di operazioni matematiche effettuate sullo spettro del campione e su quello di riferimento, in modo da rendere più facile la comparazione dei due.
Le operazioni consistono in:
- correzione della linea di base, che può subire distorsioni legate a fenomeni di scattering del raggio IR (ad esempio a causa della rugosità superficiale del campione). Questa operazione viene eseguita mediante una routine automatica (denominata in genere *Baseline correction*).
- normalizzazione dello spettro, in modo da ottenere intensità di bande simili anche per spettri ottenuti a partire da campioni di spessore leggermente diverso. Viene eseguita da una routine automatica (denominata in genere Abex, acronimo di A*bsorbance expansion*).
- trasformazione dello spettro in unità di assorbanza. Viene eseguita da una routine automatica (denominata in genere *Absorbance*).

5.4.1 Correzione della linea di base

Si richiama lo spettro registrato e lo si normalizza sull'intero intervallo (4000–400) cm^{-1} utilizzando la funzione automatica Abex. Si utilizza in genere per tutti gli spettri un valore di Abex pari a 1,5.
In Fig.1 è riportato un esempio di un tipico spettro FT-IR di una pellicola di pacciamatura in A base di amido plastificato, così come appare dopo la normalizzazione.
La correzione della linea di base si esegue fornendo alla routine di calcolo (*Baseline correction*) una serie di punti dello spettro da portare al 100% del valore di trasmittanza.
Nello spettro di Fig.1 i punti da portare al 100% di trasmittanza vengono scelti all'interno di intervalli definiti secondo il seguente schema:

da 4000 a 3650 cm^{-1}:	almeno 4 punti
da 2600 a 1850 cm^{-1}:	almeno 8 punti

da 1650 a 1550 cm^{-1}: almeno 2 punti
da 450 a 400 cm^{-1}: almeno 1 punto

In Fig. 2 è riportato lo spettro di Fig. 1 dopo correzione della linea di base.

5.4.2 Trasformazione dello spettro in unità di assorbanza

Lo spettro viene trasformato in assorbanza mediante esecuzione dell'apposita routine (*Absorbance*). In Fig. 3 è riportato lo spettro di Fig. 2 trasformato in assorbanza.

5.4.3 Identificazione del telo per pacciamatura in A base di amido plastificato

L'identificazione qualitativa del materiale avviene mediante comparazione dello spettro del campione ad uno spettro di riferimento, entrambi elaborati come descritto ai punti 5.4.1., 5.4.2 e 5.4.3). Viene confrontato l'andamento generale dello spettro e, in particolare, vengono verificate l'esistenza e la corretta posizione di una serie di bande relative allo spettro di riferimento.

Le bande da confrontare si dividono in due gruppi:
- bande fisse, che devono essere tutte presenti;
- bande variabili, non sempre presenti e dovute all'eventuale utilizzo di alcuni di additivi di processo.

Affinché il telo per pacciamatura risulti conforme alla norma di biodegradabilità, l'intensità delle bande variabili non deve superare un certo limite. L'intensità di tali bande va pertanto sottoposta ad analisi semiquantitativa per verificare che sia nei limiti consentiti. In Fig. 4 è riportato lo spettro di riferimento. Sono indicate le posizioni delle bande da confrontare. Le bande a intensità variabile assorbono alle seguenti lunghezze d'onda:

2993 cm^{-1} (spalla della banda principale a 2947 cm^{-1})

2920 cm^{-1}

2850 cm^{-1}

1755 cm^{-1} (spalla della banda principale a 2725 cm^{-1})

1181 cm^{-1} (spalla della banda principale a 1165 cm^{-1})

5.5 *Analisi semiquantitativa*

L'analisi semiquantitativa viene applicata alla porzione di spettro FT-IR compresa fra 3035 cm^{-1} e 2600 cm^{-1}. Non tutte le bande variabili identificate al punto 5.4.3 vengono prese in considerazione. E' sufficiente analizzarne solamente due, unitamente ad una fissa di riferimento. Le lunghezze d'onda delle bande che si prendono in considerazione sono:

2956 cm^{-1}: banda fissa di riferimento (**R**)

2850 cm^{-1}: prima banda variabile (**V1**)

2993 cm^{-1}: seconda banda variabile (**V2**)

5.5.1 Elaborazione degli spettri

Si richiama lo spettro registrato e si forniscono alla routine Interpolate i valori degli estremi dell'intervallo di lunghezze d'onda definito al punto 5.5. L'operazione taglia le porzioni di spettro esterne all'intervallo scelto. In questo modo viene creato uno spettro identico a quello di partenza, ma limitato all'intervallo di lunghezze d'onda definito.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Si utilizza la routine di calcolo *Baseline* come al punto 5.4.1. Si portano al 100% di trasmittanza due soli punti, aventi lunghezza d'onda il più possibile vicino ai due estremi dell'intervallo di analisi (rispettivamente 3035 cm^{-1} e 2600 cm^{-1}).
La porzione di spettro viene trasformata in assorbanza mediante esecuzione dell'apposita routine (*Absorbance*).

Lo spettro viene normalizzato utilizzando la funzione automatica Abex. Per avere un'agevole lettura dell'intensità delle bande, il parametro di normalizzazione Abex va scelto in modo che, dopo normalizzazione, l'intensità della banda di riferimento R a 2956 cm^{-1} cada nell'intervallo [0,6÷0,8].
In Fig. 5 viene riportata ad esempio una serie di spettri dopo elaborazione come descritta Al punto 5.5.1. Nella stessa Fig. 5 sono anche indicate le posizioni delle bande R, V1 e V2.

6. *Espressione dei risultati*

La lettura delle intensità in assorbanza delle bande viene eseguita in modo automatico dalla routine di calcolo. Con riferimento alla Fig. 5, vengono misurate le altezze delle bande R, V1 e V2 così da definire:

I_R: Intensità della banda R

I_{V1}: Intensità della banda V1

I_{V2}: Intensità della banda V2

Si calcolano i seguenti rapporti di intensità:

$$I_1 = \frac{I_{V1}}{I_R}$$

$$I_2 = \frac{I_{V2}}{I_R}$$

7. *Definizione degli intervalli di tolleranza*

Intervallo di tolleranza per il rapporto I_1: da 0,10 a 0,70
Intervallo di tolleranza per il rapporto I_2: da 0,05 a 0,32

Il test semiquantitativo è da considerarsi superato quando entrambi i rapporti I_1 e I_2 verificano le rispettive condizioni. A titolo di esempio, si sottolinea come due degli spettri di Fig. 5 non superano il test. Si tratta degli spettri che presentano la più alta assorbanza in corrispondenza delle bande V1 e V2.

7. *Note*

I campioni da sottoporre ad analisi devono essere conservati in condizioni tali da non indurre cambiamenti nel tempo che intercorre fra il campionamento e l'analisi o fra due analisi successive. Si consiglia lo stoccaggio a temperatura ambiente in sacchetti di polietilene.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Fig.1

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

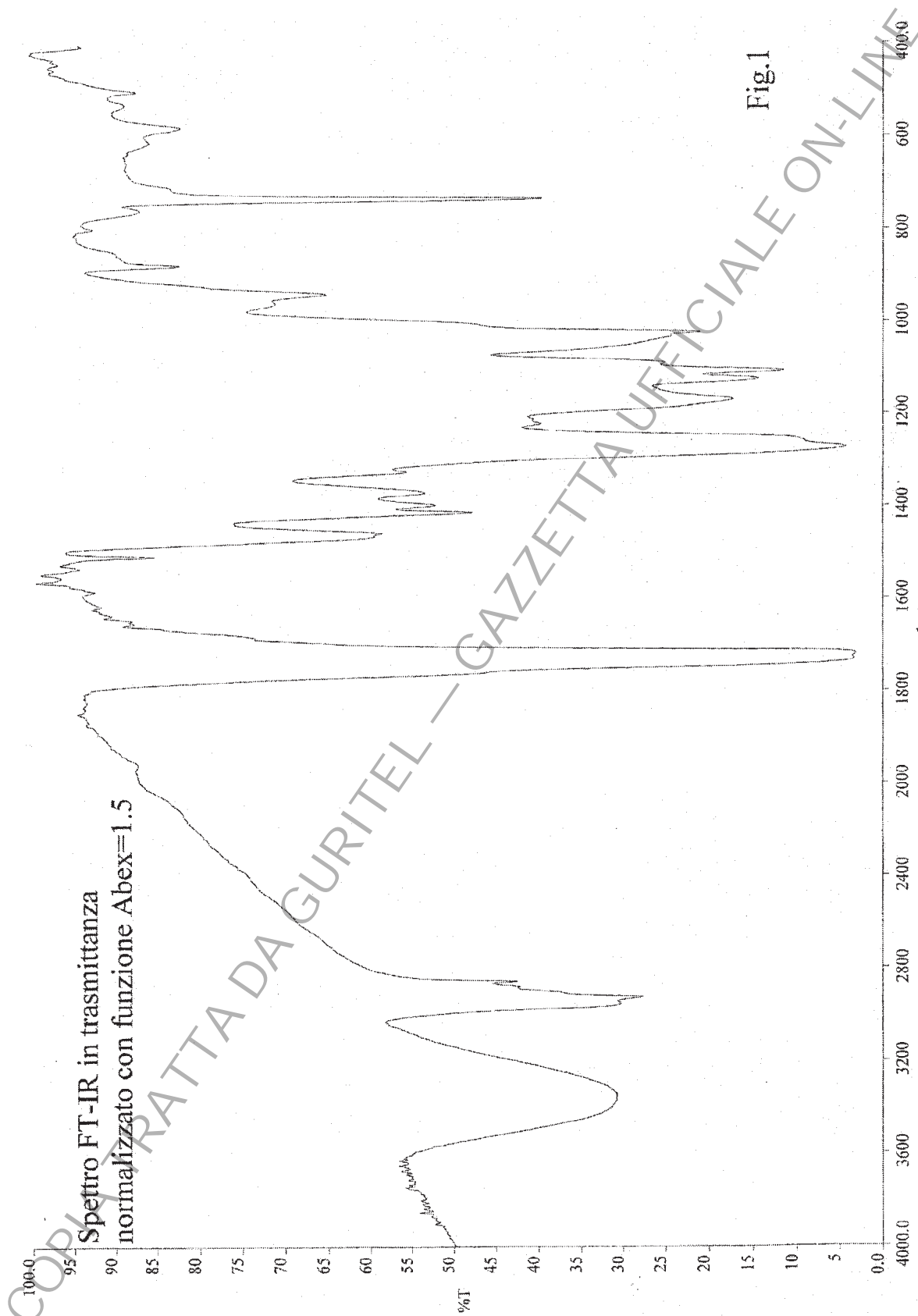
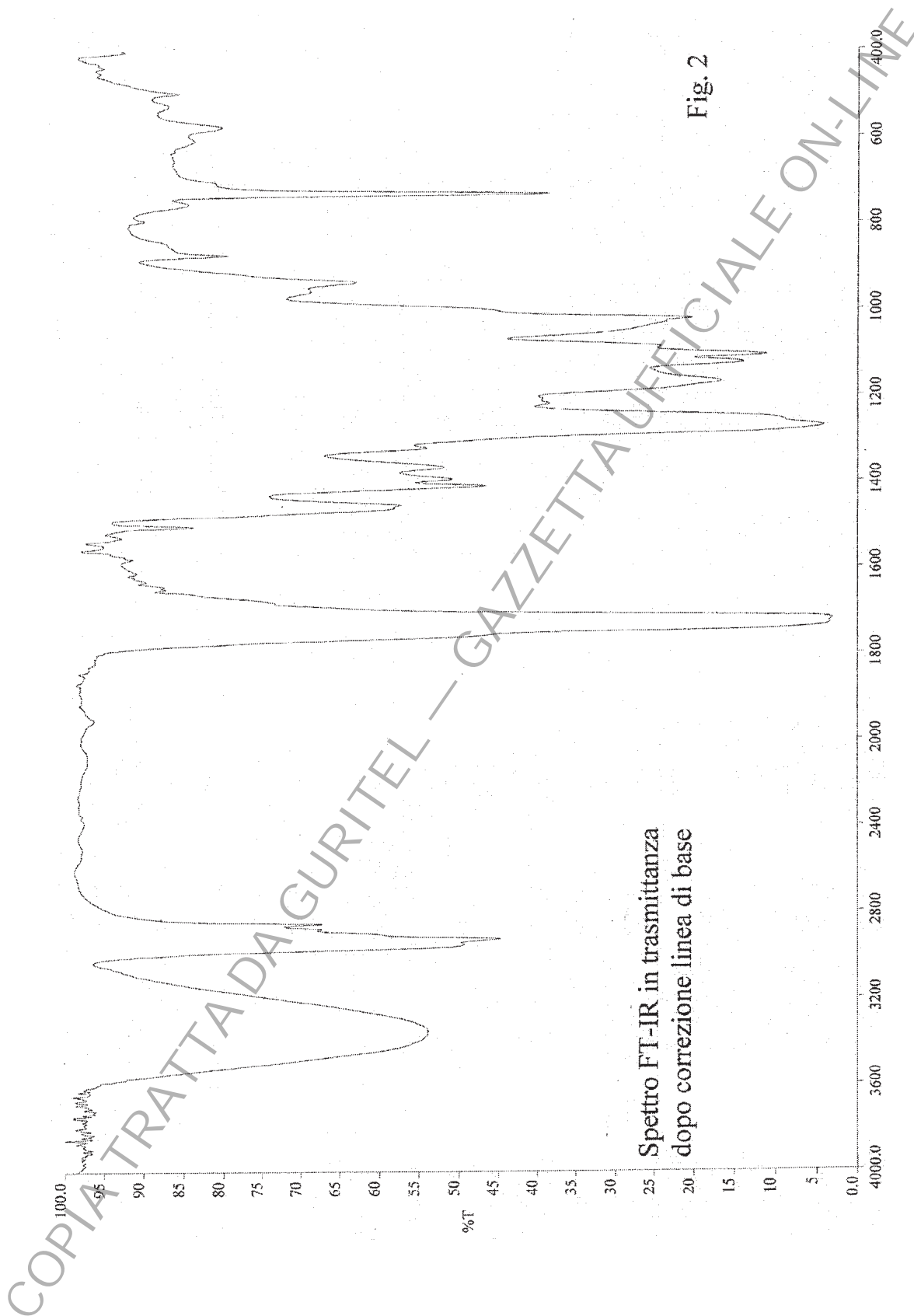
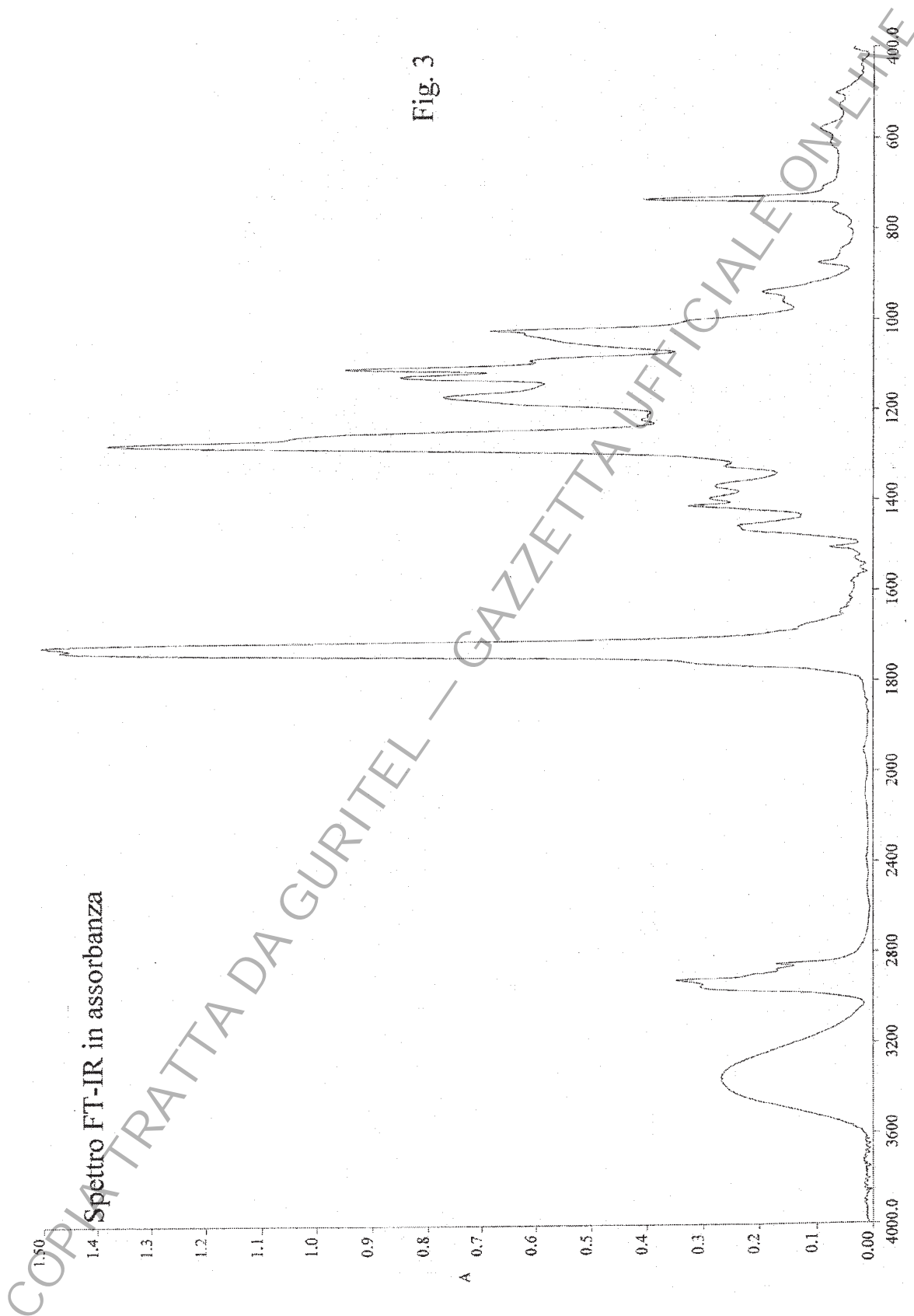
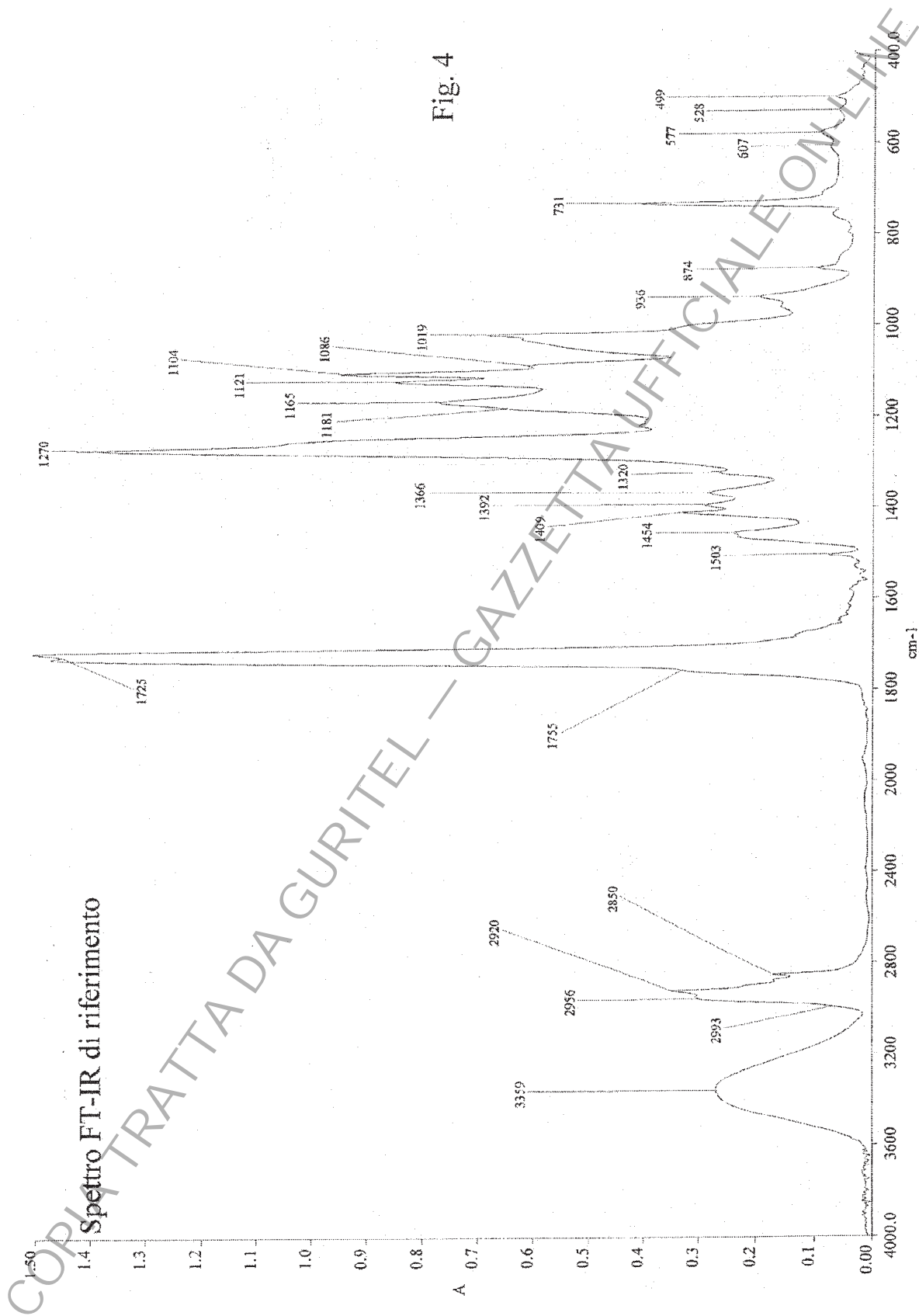
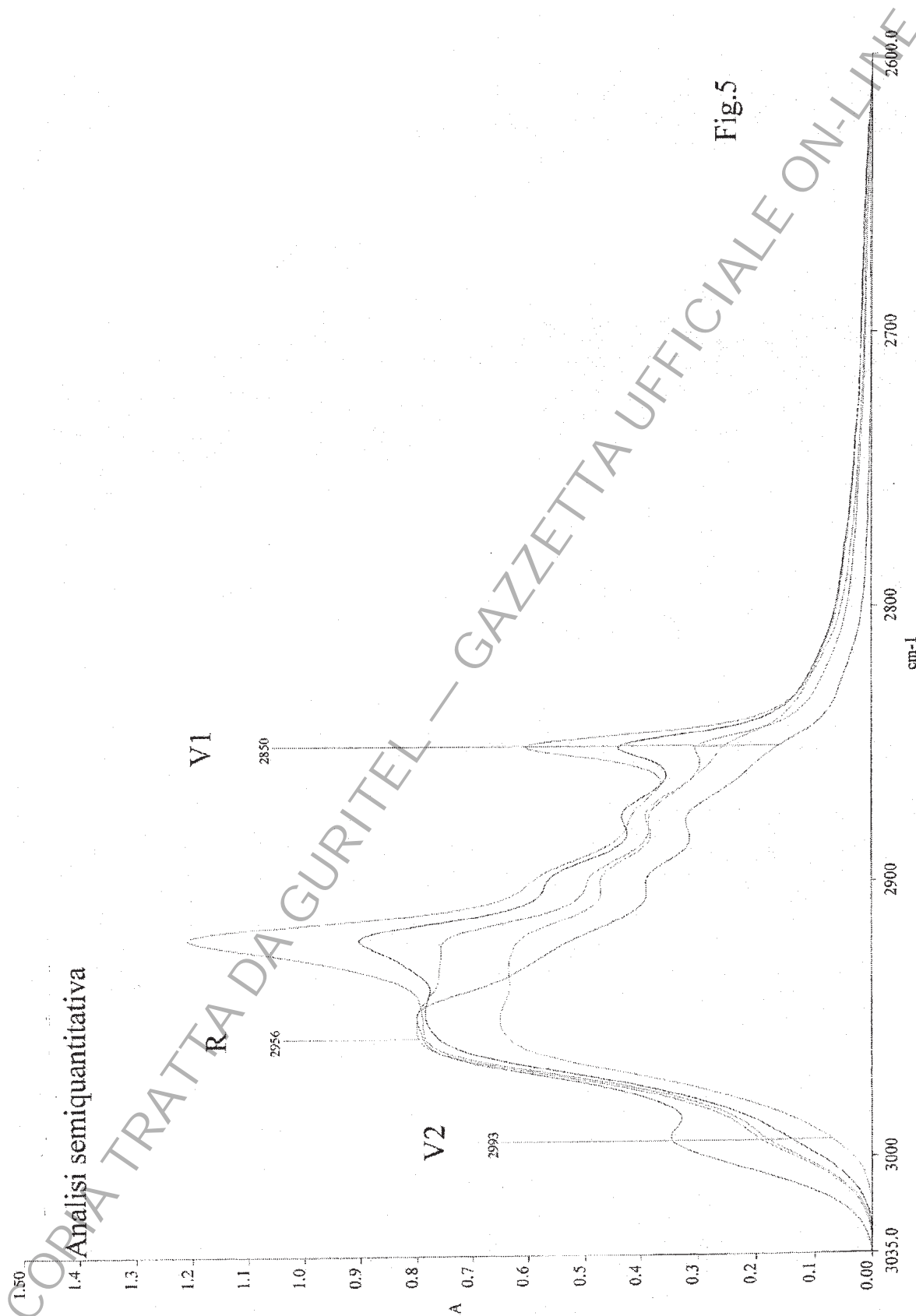
COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Fig. 3

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Fig. 4

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione della solubilità degli elementi nutritivi in acqua nei fertilizzanti a matrice vetrosa

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo per la determinazione degli elementi nutritivi (macro e micro elementi) solubili in acqua.

2. *Campo di applicazione*

Il presente metodo è applicabile ai fertilizzanti a matrice vetrosa.

3. *Principio*

Il principio del metodo si basa sull'estrazione degli elementi nutrivi in acqua mediante agitazione in condizioni controllate, a temperatura ambiente.

4. *Reattivi*

4.1 Acqua demineralizzata di purezza equivalente e reattivi di qualità analitica riconosciuta.

5. *Apparecchiatura*

Normale attrezzatura di laboratorio, ed in particolare:

5.1 Bilancia tecnica elettronica

5.2 Agitatore meccanico

5.3 Ancoretta magnetica

5.4 Beaker in vetro da 200 mL

5.5 Filtro a pieghe in cellulosa pura

6. *Procedimento*

6.1. *Preparazione dei campioni per l'analisi*

Il campione solido deve essere preparato secondo quanto previsto dal metodo «Preparazione del campione per l'analisi» (D.M. 24 marzo 1986).

6.2 *Pesata*

Pesare, con un'approssimazione di 0,0001 g, una quantità di campione pari ad 1 g (il diametro delle particelle del campione è inferiore a 100 micron), e trasferirlo in un beaker da 200 mL.

6.2 *Estrazione*

Aggiungere al campione 100 mL di acqua demineralizzata.
Porre ad agitare su agitatore meccanico (5.2) con ancoretta magnetica (5.3) a 300 giri/min., per 30 minuti. Trascorso questo tempo, filtrare su filtro a pieghe asciutto.

7. *Espressione dei risultati*

La determinazione degli elementi nutritivi presenti, macro e micro-elementi, viene effettuata su una parte aliquota della soluzione filtrata, secondo i metodi ufficiali previsti per ciascun elemento.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione della solubilità degli elementi nutritivi in acido citrico al 2 % nei fertilizzanti a matrice vetrosa

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo perla determinazione degli elementi nutritivi (macro e micro elementi) solubili in acido citrico al 2%.

2. *Campo di applicazione*

Il presente metodo è applicabile ai fertilizzanti a matrice vetrosa.

3. *Principio*

Il principio del metodo si basa sull'estrazione degli elementi nutrivi in acido citrico mediante agitazione in condizioni controllate, a temperatura ambiente.

4. *Reattivi*

4.1 Acqua demineralizzata di purezza equivalente e reattivi di qualità analitica riconosciuta.

4.2 Acido citrico diluito, soluzione al 2 %.

5. *Apparecchiatura*

Normale attrezzatura di laboratorio, ed in particolare:

5.1 Bilancia tecnica elettronica

5.2 Agitatore meccanico

5.3 Ancoretta magnetica

5.4 Beaker in vetro da 500 mL

5.5 Filtro a pieghe in cellulosa pura

6. *Procedimento*

6.1. *Preparazione dei campioni per l'analisi*

Il campione solido deve essere preparato secondo quanto previsto dal metodo «Preparazione del campione per l'analisi» (D.M. 24 marzo 1986).

6.2 *Pesata*

Pesare, con un'approssimazione di 0,0001 g, una quantità di campione pari ad 1 g (il diametro delle particelle del campione è inferiore a 100 micron), e trasferirlo in un beaker da 500 mL.

6.2 *Estrazione*

Aggiungere al campione 125 mL di acido citrico al 2 %.
Porre ad agitare su agitatore meccanico (5.2) con ancoretta magnetica (5.3) a 300 giri/min., per 30 minuti. Trascorso questo tempo, filtrare su filtro a pieghe asciutto.

7. *Espressione dei risultati*

La determinazione degli elementi nutritivi presenti, macro e micro-elementi, viene effettuata su una parte aliquota della soluzione filtrata, secondo i metodi ufficiali previsti per ciascun elemento.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Determinazione della solubilità degli elementi nutritivi in HCl 1 %

1. *Oggetto*

Il presente documento fissa un metodo perla determinazione degli elementi nutritivi (macro e micro elementi) solubili in HCl 1 %.

2. *Campo di applicazione*

Il presente metodo è applicabile ai fertilizzanti a matrice vetrosa.

3. *Principio*

Il principio del metodo si basa sull'estrazione degli elementi nutrivi in acido diluito mediante agitazione in condizioni controllate, a temperatura ambiente.

4. *Reattivi*

4.1 Acqua demineralizzata di purezza equivalente e reattivi di qualità analitica riconosciuta.

4.2 Acido cloridrico diluito, soluzione all'1 %.

5. *Apparecchiatura*

Normale attrezzatura di laboratorio, ed in particolare:

5.1 Bilancia tecnica elettronica

5.2 Agitatore meccanico

5.3 Ancoretta magnetica

5.4 Beaker in vetro da 500 mL

5.5 Filtro a pieghe in cellulosa pura

6. *Procedimento*

6.1. *Preparazione dei campioni per l'analisi*

Il campione solido deve essere preparato secondo quanto previsto dal metodo «Preparazione del campione per l'analisi» (D.M. 24 marzo 1986).

6.2 *Pesata*

Pesare, con un'approssimazione di 0,0001 g, una quantità di campione pari ad 1 g (il diametro delle particelle del campione è inferiore a 100 micron), e trasferirlo in un beaker da 500 mL.

6.2 *Estrazione*

Aggiungere al campione 250 mL di acido cloridrico al 1 %.
Porre ad agitare su agitatore meccanico (5.2) con ancoretta magnetica (5.3) a 300 giri/min., per 30 minuti. Trascorso questo tempo, filtrare su filtro a pieghe asciutto.

7. *Espressione dei risultati*

La determinazione degli elementi nutritivi presenti, macro e micro-elementi, viene effettuata su una parte aliquota della soluzione filtrata, secondo i metodi ufficiali previsti per ciascun elemento.

06A03453

AUGUSTA IANNINI, *direttore* FRANCESCO NOCITA, *redattore*

(G603068/1) Roma, 2006 - Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato S.p.A. - S.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

ISTITUTO POLIGRAFICO E ZECCA DELLO STATO

LIBRERIE CONCESSIONARIE PRESSO LE QUALI È IN VENDITA LA GAZZETTA UFFICIALE

cap	**località**	libreria	indirizzo	pref.	tel.	fax
95024	**ACIREALE (CT)**	CARTOLIBRERIA LEGISLATIVA S.G.C. ESSEGICI	Via Caronda, 8-10	095	7647982	7647982
00041	**ALBANO LAZIALE (RM)**	LIBRERIA CARACUZZO	Corso Matteotti, 201	06	9320073	93260286
60121	**ANCONA**	LIBRERIA FOGOLA	Piazza Cavour, 4-5-6	071	2074606	2060205
83100	**AVELLINO**	LIBRERIA PIROLA MAGGIOLI	Via Matteotti, 30/32	0825	30597	248957
81031	**AVERSA (CE)**	LIBRERIA CLA.ROS	Via L. Da Vinci, 18	081	8902431	8902431
70124	**BARI**	CARTOLIBRERIA QUINTILIANO	Via Arcidiacono Giovanni, 9	080	5042665	5610818
70121	**BARI**	LIBRERIA UNIVERSITÀ E PROFESSIONI	Via Crisanzio, 16	080	5212142	5243613
13900	**BIELLA**	LIBRERIA GIOVANNACCI	Via Italia, 14	015	2522313	34983
40132	**BOLOGNA**	LIBRERIA GIURIDICA EDINFORM	Via Ercole Nani, 2/A	051	4218740	4210565
40124	**BOLOGNA**	LIBRERIA GIURIDICA - LE NOVITÀ DEL DIRITTO	Via delle Tovaglie, 35/A	051	3399048	3394340
21052	**BUSTO ARSIZIO (VA)**	CARTOLIBRERIA CENTRALE BORAGNO	Via Milano, 4	0331	626752	626752
91022	**CASTELVETRANO (TP)**	CARTOLIBRERIA MAROTTA & CALIA	Via Q. Sella, 106/108	0924	45714	45714
95128	**CATANIA**	CARTOLIBRERIA LEGISLATIVA S.G.C. ESSEGICI	Via F. Riso, 56/60	095	430590	508529
88100	**CATANZARO**	LIBRERIA NISTICÒ	Via A. Daniele, 27	0961	725811	725811
66100	**CHIETI**	LIBRERIA PIROLA MAGGIOLI	Via Asinio Herio, 21	0871	330261	322070
22100	**COMO**	LIBRERIA GIURIDICA BERNASCONI - DECA	Via Mentana, 15	031	262324	262324
87100	**COSENZA**	LIBRERIA DOMUS	Via Monte Santo, 70/A	0984	23110	23110
50129	**FIRENZE**	LIBRERIA PIROLA già ETRURIA	Via Cavour 44-46/R	055	2396320	288909
71100	**FOGGIA**	LIBRERIA PATIERNO	Via Dante, 21	0881	722064	722064
03100	**FROSINONE**	L'EDICOLA	Via Tiburtina, 224	0775	270161	270161
16121	**GENOVA**	LIBRERIA GIURIDICA	Galleria E. Martino, 9	010	565178	5705693
95014	**GIARRE (CT)**	LIBRERIA LA SEÑORITA	Via Trieste angolo Corso Europa	095	7799877	7799877
73100	**LECCE**	LIBRERIA LECCE SPAZIO VIVO	Via Palmieri, 30	0832	241131	303057
74015	**MARTINA FRANCA (TA)**	TUTTOUFFICIO	Via C. Battisti, 14/20	080	4839784	4839785
98122	**MESSINA**	LIBRERIA PIROLA MESSINA	Corso Cavour, 55	090	710487	662174
20100	**MILANO**	LIBRERIA CONCESSIONARIA I.P.Z.S.	Galleria Vitt. Emanuele II, 11/15	02	865236	863684
70056	**MOLFETTA (BA)**	LIBRERIA IL GHIGNO	Via Salepico, 47	080	3971365	3971365

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

Segue: **LIBRERIE CONCESSIONARIE PRESSO LE QUALI È IN VENDITA LA GAZZETTA UFFICIALE**

cap	**località**	libreria	indirizzo	pref.	tel.	fax
80139	**NAPOLI**	LIBRERIA MAJOLO PAOLO	Via C. Muzy, 7	081	282543	269898
80134	**NAPOLI**	LIBRERIA LEGISLATIVA MAJOLO	Via Tommaso Caravita, 30	081	5800765	5521954
28100	**NOVARA**	EDIZIONI PIROLA E MODULISTICA	Via Costa, 32/34	0321	626764	626764
90138	**PALERMO**	LA LIBRERIA DEL TRIBUNALE	P.za V.E. Orlando, 44/45	091	6118225	552172
90138	**PALERMO**	LIBRERIA S.F. FLACCOVIO	Piazza E. Orlando, 15/19	091	334323	6112750
90145	**PALERMO**	LIBRERIA COMMISSIONARIA G. CICALA INGUAGGIATO	Via Galileo Galilei, 9	091	6828169	6822577
90133	**PALERMO**	LIBRERIA FORENSE	Via Maqueda, 185	091	6168475	6177342
43100	**PARMA**	LIBRERIA MAIOLI	Via Farini, 34/D	0521	286226	284922
06087	**PERUGIA**	CALZETTI & MARIUCCI	Via della Valtiera, 229	075	5997736	5990120
29100	**PIACENZA**	NUOVA TIPOGRAFIA DEL MAINO	Via Quattro Novembre, 160	0523	452342	461203
59100	**PRATO**	LIBRERIA CARTOLERIA GORI	Via Ricasoli, 26	0574	22061	610353
00192	**ROMA**	LIBRERIA DE MIRANDA	Viale G. Cesare, 51/E/F/G	06	3213303	3216695
00195	**ROMA**	COMMISSIONARIA CIAMPI	Viale Carso, 55-57	06	37514396	37353442
00161	**ROMA**	L'UNIVERSITARIA	Viale Ippocrate, 99	06	4441229	4450613
00187	**ROMA**	LIBRERIA GODEL	Via Poli, 46	06	6798716	6790331
00187	**ROMA**	STAMPERIA REALE DI ROMA	Via Due Macelli, 12	06	6793268	69940034
45100	**ROVIGO**	CARTOLIBRERIA PAVANELLO	Piazza Vittorio Emanuele, 2	0425	24056	24056
63039	**SAN BENEDETTO D/T (AP)**	LIBRERIA LA BIBLIOFILA	Via Ugo Bassi, 38	0735	587513	576134
07100	**SASSARI**	MESSAGGERIE SARDE LIBRI & COSE	Piazza Castello, 11	079	230028	238183
10122	**TORINO**	LIBRERIA GIURIDICA	Via S. Agostino, 8	011	4367076	4367076
21100	**VARESE**	LIBRERIA PIROLA	Via Albuzzi, 8	0332	231386	830762
36100	**VICENZA**	LIBRERIA GALLA 1880	Viale Roma, 14	0444	225225	225238

MODALITÀ PER LA VENDITA

La «Gazzetta Ufficiale» e tutte le altre pubblicazioni dell'Istituto sono in vendita al pubblico:

- **presso l'Agenzia dell'Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato S.p.A. in ROMA, piazza G. Verdi, 10 - ☎ 06 85082147;**
- **presso le librerie concessionarie indicate (elenco consultabile sul sito www.ipzs.it)**

L'Istituto conserva per la vendita le Gazzette degli ultimi 4 anni fino ad esaurimento. Le richieste per corrispondenza potranno essere inviate a:

Funzione Editoria - U.O. DISTRIBUZIONE
Attività Librerie concessionarie, Vendita diretta e Abbonamenti a periodici
Piazza Verdi 10, 00198 Roma
fax: 06-8508-4117
e-mail: editoriale@ipzs.it

avendo cura di specificare nell'ordine, oltre al fascicolo di GU richiesto, l'indirizzo di spedizione e di fatturazione (se diverso) ed indicando il codice fiscale per i privati. L'importo della fornitura, maggiorato di un contributo per le spese di spedizione, sarà versato in contanti alla ricezione.

Le inserzioni, come da norme riportate nella testata della parte seconda, si ricevono con pagamento anticipato, presso le agenzie in Roma e presso le librerie concessionarie.

Per informazioni, prenotazioni o reclami attinenti agli abbonamenti oppure alla vendita della *Gazzetta Ufficiale* bisogna rivolgersi direttamente all'Amministrazione, presso l'Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato - Piazza G. Verdi, 10 - 00100 ROMA

Gazzetta Ufficiale Abbonamenti	Vendite	Ufficio inserzioni	Numero verde
☎ 800-864035 - Fax 06-85082520	☎ 800-864035 - Fax 06-85084117	☎ 800-864035 - Fax 06-85082242	☎ 800-864035

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE

GAZZETTA UFFICIALE

DELLA REPUBBLICA ITALIANA

CANONI DI ABBONAMENTO ANNO 2006 (salvo conguaglio) (*)

GAZZETTA UFFICIALE - PARTE I (legislativa)

			CANONE DI ABBONAMENTO
Tipo A	Abbonamento ai fascicoli della serie generale, inclusi tutti i supplementi ordinari:		
	(di cui spese di spedizione € 219,04)	- annuale	€ **400,00**
	(di cui spese di spedizione € 109,52)	- semestrale	€ **220,00**
Tipo A1	Abbonamento ai fascicoli della serie generale, inclusi i soli supplementi ordinari contenenti i provvedimenti legislativi:		
	(di cui spese di spedizione € 108,57)	- annuale	€ **285,00**
	(di cui spese di spedizione € 54,28)	- semestrale	€ **155,00**
Tipo B	Abbonamento ai fascicoli della serie speciale destinata agli atti dei giudizi davanti alla Corte Costituzionale:		
	(di cui spese di spedizione € 19,29)	- annuale	€ **68,00**
	(di cui spese di spedizione € 9,64)	- semestrale	€ **43,00**
Tipo C	Abbonamento ai fascicoli della serie speciale destinata agli atti della CE:		
	(di cui spese di spedizione € 41,27)	- annuale	€ **168,00**
	(di cui spese di spedizione € 20,63)	- semestrale	€ **91,00**
Tipo D	Abbonamento ai fascicoli della serie destinata alle leggi e regolamenti regionali:		
	(di cui spese di spedizione € 15,31)	- annuale	€ **65,00**
	(di cui spese di spedizione € 7,65)	- semestrale	€ **40,00**
Tipo E	Abbonamento ai fascicoli della serie speciale destinata ai concorsi indetti dallo Stato e dalle altre pubbliche amministrazioni:		
	(di cui spese di spedizione € 50,02)	- annuale	€ **167,00**
	(di cui spese di spedizione € 25,01)	- semestrale	€ **90,00**
Tipo F	Abbonamento ai fascicoli della serie generale, inclusi tutti i supplementi ordinari, ed ai fascicoli delle quattro serie speciali:		
	(di cui spese di spedizione € 344,93)	- annuale	€ **780,00**
	(di cui spese di spedizione € 172,46)	- semestrale	€ **412,00**
Tipo F1	Abbonamento ai fascicoli della serie generale inclusi i supplementi ordinari con i provvedimenti legislativi e ai fascicoli delle quattro serie speciali:		
	(di cui spese di spedizione € 234,45)	- annuale	€ **652,00**
	(di cui spese di spedizione € 117,22)	- semestrale	€ **342,00**

N.B.: L'abbonamento alla GURI tipo A, A1, F, F1 comprende gli indici mensili
Integrando con la somma di € **80,00** *il versamento relativo al tipo di abbonamento alla* Gazzetta Ufficiale - *parte prima - prescelto, si riceverà anche l'Indice Repertorio Annuale Cronologico per materie anno 2005.*

BOLLETTINO DELLE ESTRAZIONI

Abbonamento annuo (incluse spese di spedizione) € **88,00**

CONTO RIASSUNTIVO DEL TESORO

Abbonamento annuo (incluse spese di spedizione) € **56,00**

PREZZI DI VENDITA A FASCICOLI
(Oltre le spese di spedizione)

Prezzi di vendita:		
	serie generale	€ 1,00
	serie speciali (escluso concorsi), ogni 16 pagine o frazione	€ 1,00
	fascicolo serie speciale, *concorsi*, prezzo unico	€ 1,50
	supplementi (ordinari e straordinari), ogni 16 pagine o frazione	€ 1,00
	fascicolo Bollettino Estrazioni, ogni 16 pagine o frazione	€ 1,00
	fascicolo Conto Riassuntivo del Tesoro, prezzo unico	€ 6,00

I.V.A. 4% a carico dell'Editore

GAZZETTA UFFICIALE - PARTE II (inserzioni)

Abbonamento annuo	*(di cui spese di spedizione € 120,00)*		€ **320,00**
Abbonamento semestrale	*(di cui spese di spedizione € 60,00)*		€ **185,00**
Prezzo di vendita di un fascicolo, ogni 16 pagine o frazione (oltre le spese di spedizione)		€ 1,00	

I.V.A. 20% inclusa

RACCOLTA UFFICIALE DEGLI ATTI NORMATIVI

Abbonamento annuo		€ **190,00**
Abbonamento annuo per regioni, province e comuni		€ **180,00**
Volume separato (oltre le spese di spedizione)	€ 18,00	

I.V.A. 4% a carico dell'Editore

Per l'estero i prezzi di vendita, in abbonamento ed a fascicoli separati, anche per le annate arretrate, compresi i fascicoli dei supplementi ordinari e straordinari, devono intendersi raddoppiati. Per il territorio nazionale i prezzi di vendita dei fascicoli separati, compresi i supplementi ordinari e straordinari, relativi ad anni precedenti, devono intendersi raddoppiati. Per intere annate è raddoppiato il prezzo dell'abbonamento in corso. Le spese di spedizione relative alle richieste di invio per corrispondenza di singoli fascicoli, vengono stabilite, di volta in volta, in base alle copie richieste.

N.B. - Gli abbonamenti annui decorrono dal 1° gennaio al 31 dicembre, i semestrali dal 1° gennaio al 30 giugno e dal 1° luglio al 31 dicembre.

Restano confermati gli sconti in uso applicati ai soli costi di abbonamento

ABBONAMENTI UFFICI STATALI
Resta confermata la riduzione del 52% applicata sul solo costo di abbonamento

* tariffe postali di cui al Decreto 13 novembre 2002 (G.U. n. 289/2002) e D.P.C.M. 27 novembre 2002 n. 294 (G.U. 1/2003) per soggetti iscritti al R.O.C.

COPIA TRATTA DA GURITEL — GAZZETTA UFFICIALE ON-LINE